

Magnetische Eigenschaften weichmagnetischer Composite

Dissertation

zur Erlangung des Doktorgrades
der Ingenieurwissenschaften

vorgelegt von

Dipl.-Ing. Mathias Anhalt
aus Heilbad Heiligenstadt

genehmigt von der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal,

Tag der mündlichen Prüfung

25. April 2008

Vorsitzender der Promotionskommission:

Prof. Dr.-Ing. habil. L. Wagner

Hauptberichterstatte:

Dr.-Ing. habil. B. Weidenfeller

Berichterstatte:

Prof. Dr. rer. nat. Dr.-Ing. habil. W. Riehemann

Inhaltsverzeichnis

Symbolverzeichnis	iii
1 Einleitung	1
2 Theorie	5
2.1 Verluste	5
2.2 Dynamik von Domänenwänden	8
2.3 Koerzitivfeldstärke	11
2.4 Sättigungspolarisation	14
2.5 Magnetische Perkolation	15
2.6 Entmagnetisierungsfaktor	16
2.7 Permeabilität	22
2.8 Packungsdichte	24
2.9 Einfluss von Anisotropie und Textur	27
3 Experimentelles	29
3.1 Materialien	29
3.1.1 Polymere und Additive	29
3.1.2 Weichmagnetische Füllstoffe	30
3.1.3 Probenherstellung	33
3.2 Messsystem	38
3.3 Magnetische Messungen	41
4 Ergebnisse	45
4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad	45

4.1.1	Verluste	45
4.1.2	Feldstärke	51
4.1.3	Polarisation	54
4.1.4	Permeabilität	58
4.1.5	Innerer Entmagnetisierungsfaktor	63
4.2	Magnetische Eigenschaften von Hybrid-PBSCs	65
4.2.1	Verluste	66
4.2.2	Koerzitivfeldstärke	67
4.2.3	Sättigungspolarisation	68
4.2.4	Innerer Entmagnetisierungsfaktor	69
4.2.5	Permeabilität	71
4.3	Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit von der Partikelgröße	73
4.3.1	Verluste	73
4.3.2	Feldstärke	77
4.3.3	Permeabilität	78
4.3.4	Innerer Entmagnetisierungsfaktor	80
4.4	Änderung der magnetischen Eigenschaften durch Partikelausrichtung	81
4.4.1	Verluste	81
4.4.2	Permeabilität	82
4.4.3	Innerer Entmagnetisierungsfaktor	84
4.5	Bestimmung der effektiven Permeabilität eines PBSC	86
5	Zusammenfassung	93
	Literaturverzeichnis	97
	Abbildungsverzeichnis	107
	Tabellenverzeichnis	113

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung
α	Scherungswinkel der Hysteresekurve
η	Anomalitätsfaktor
μ	Permeabilität
μ_0	Permeabilitätskonstante
μ_i	Startpermeabilität
μ_{PBSMC}	Permeabilität des Composites
μ_{low}	Permeabilität bei 3% der Maximalpolarisation
μ_{max}	Maximalpermeabilität
μ_m	Permeabilität des Matrixmaterials/Polymers
μ_p	Permeabilität der magnetischen Partikel
\bar{d}	mittlerer Durchmesser
π	Kreiszahl
ρ	spezifischer Widerstand
\hat{x}	Füllgrad bezogen auf den Polymeranteil
\hat{x}_{pc}	Perkolationsschwelle bezogen auf \hat{x}
a	Blochwandabstand
B	Induktion
b	Breite
c	Domänenwandbeweglichkeit
D, d	Durchmesser, bzw. Dicke
D_g	Geometriefaktor
f	Frequenz
H	magnetische Feldstärke
H_0	äußeres, angelegtes magnetisches Feld
H_i	inneres magnetisches Feld

Symbolverzeichnis

$H_{\mu_{max}}$	Feldstärke bei Maximalpermeabilität
H_c	statische Koerzitivfeldstärke
H_{dyn}	dynamische Koerzitivfeldstärke
H_{exc}	Überschussfeld
H_w	Feld zum Bewegen einer Domänenwand
J	Polarisation
J_0	Aussteuerungspolarisation
J_r	Remanenz
J_s	Sättigungspolarisation
$J_{\mu_{max}}$	Polarisation bei Maximalpermeabilität
k_{eff}	Formfaktor
l	Länge
M	Magnetisierung
N	Gesamtentmagnetisierungsfaktor
$N[d]$	Partikelgrößenverteilung
N_a	äußerer Entmagnetisierungsfaktor
N_i	innerer Entmagnetisierungsfaktor
N_i^n	normierter innerer Entmagnetisierungsfaktor
N_p	Entmagnetisierungsfaktor eines Partikels
n_{eff}	effektive Anzahl von Domänenwänden
P	Gesamtverlustleistung
P_h	statische Verlustleistung
P_{an}	anomale Verlustleistung
P_{cl}	Wirbelstromverlustleistung
P_{cl}^{macro}	Makro–Wirbelstromverluste
P_{cl}^{meso}	Agglomerat–Wirbelstromverluste
P_{cl}^{micro}	Mikro–Wirbelstromverluste
P_{dyn}	dynamische Verlustleistung
R, r	Radius
T	Periode
t	Zeit
T_c	Curie–Temperatur
U	induzierte Spannung
v	Domänenwandgeschwindigkeit
x	Füllgrad, Anteil, bzw. Packungsdichte

1 Einleitung

Schon früh wurden Transformatorenkerne aus weichmagnetischen Partikeln, eingebettet in einen polymeren Binder, hergestellt [1, 2] (polymer bonded soft magnetic composites — PBSMC). Das Polymer umhüllt dabei die einzelnen magnetischen Partikel und isoliert sie gegeneinander. Dadurch werden die Wirbelstromverluste aufgrund des erhöhten Widerstandes des Gesamttransformatorenkernes gegenüber den herkömmlichen weichmagnetischen Materialien verringert. Während kunststoffgebundene Hartmagnete eine weite Verbreitung gefunden haben, wozu im Wesentlichen die preiswerte und einfache Herstellungsmöglichkeit des Spritzgießens beigetragen hat [3], finden sich nahezu keine industriellen Anwendungen von weichmagnetisch gefüllten Kunststoffmaterialien. Ein Grund hierfür liegt darin, dass für die Anwendung als Transformatorenkern ein sehr hoher Füllgrad des Polymers mit magnetischen Partikeln erreicht werden muss, damit gleichermaßen eine hohe magnetische Induktion sowie eine hohe Permeabilität erreicht werden kann. Die zu erreichenden Füllgrade sollten in der Regel nicht unter 70-vol.% liegen, was hohe Beanspruchungen der Extrudier- und Spritzgießanlagen nach sich zieht.

Um dies zu erreichen sollten die Partikel eine breite Partikelgrößenverteilung besitzen und möglichst sphärischer Gestalt sein. Weiterhin ist ein Einsatz von Polymeradditiven unumgänglich. Diese können verschiedene Aufgaben im Polymer übernehmen [4, 5]. Sie dienen als einfache Gleitmittel und ermöglichen eine konstante Schmelzviskosität. Weiterhin helfen sie durch Verhinderung des thermooxidativen Abbaus, in der Schmelze eine Langzeitstabilisierung zu realisieren oder durch Deaktivierung der Metallionen eine Zersetzung des Polymers zu verhindern.

Obwohl magnetisch gefüllte Kunststoffe heutzutage kommerziell erhältlich sind und in vielen Bereichen der Industrie produziert werden oder Verwendung finden, ermöglichen es die vorhandenen theoretischen Modelle nicht, aus den Eigenschaften der verwendeten

Polymere und der magnetischen Partikel eine Vorhersage der Eigenschaften des kunststoffgebundenen Magnetkerns zu machen [6–9]. Als Folge daraus wird anhand vieler experimenteller Studien versucht, Richtlinien für Herstellprozesse von kunststoffgebundenen Weichmagneten zu erarbeiten, anhand derer die magnetischen und mechanischen Eigenschaften der magnetischen Kunststoffcomposite vorhergesagt werden sollen.

In der Literatur finden sich daher viele experimentelle Untersuchungen zu den magnetischen Eigenschaften von gefüllten Kunststoffen, wobei man eine große Bandbreite der untersuchten magnetischen Füllstoffe finden kann, die von Eisenpartikeln [10, 11], Ni-Pulver, NiZn-Pulver und Metglas (amorphe FeCoB-Legierung) [12], nanoskaliger Co-Partikel [13] bis zu Seltenerdenverbindungen [14] reichen. Der Untersuchungsgegenstand bei den kunststoffgebundenen Kernmaterialien ist in der Literatur beispielsweise der Einfluss der Herstellparameter wie Temperatur und Druck sowie die Korngrößenverteilung der magnetischen Partikel auf die Permeabilität des Transformatorkerns [10], wobei die Bruchfestigkeit, die Härte und die Dichte des Transformatorkerns mit Temperatur und Druck zunehmen sowie die Permeabilität durch die thermische Behandlung erhöht wird.

Während bei nicht thermisch behandelten Proben, oder Proben bei denen der polymere Binder nicht entfernt wurde, wie zu erwarten ist, nahezu kein Einfluss durch Wirbelstromverluste aufgrund des hohen und unveränderten Gesamtwiderstandes des Materials festgestellt werden kann, finden sich bei thermisch behandelten oder entbinderten Proben Hinweise auf Blochwandbewegungen, was durch die Ausbildung von Kontakten zwischen den Teilchen erklärt wird. Ebenfalls gibt es Untersuchungen zum Einfluss der Korngrößenverteilung der magnetischen Partikel auf die magnetischen Eigenschaften von Transformatorkernen [11], die zeigen, dass die magnetischen Eigenschaften nach einer thermischen Behandlung verändert wurden und sich nicht mehr auf die Korngrößenverteilung der Pulver in den untersuchten Proben zurückführen lassen.

Hieraus ist deutlich zu sehen, dass die magnetischen Eigenschaften kunststoffgebundener weichmagnetischer Werkstoffe nicht nur von den Eigenschaften der metallischen und polymeren Ausgangsmaterialien abhängig sind, sondern deutlich auch von dem Herstellprozess selbst beeinflusst werden können.

Allen genannten Literaturstellen ist gemeinsam, dass es den Autoren noch nicht gelun-

gen ist, theoretische Modelle auf die Untersuchungsergebnisse anzuwenden, so dass eine Abschätzung des Potentials von kunststoffgebundenen Weichmagneten beispielsweise als Transformatorenkern, Übertrager oder Sensor nicht möglich ist.

2 Theorie

2.1 Verluste

Die Ummagnetisierungsverlustleistung pro Volumen P kann in eine statische, als frequenzunabhängig angenommene Verlustleistung P_h und in eine dynamische frequenzabhängige Verlustleistung P_{dyn} aufgeteilt werden (Gl. 2.1). Die Größe der Verlustleistung P_h ist abhängig von der Struktur des Materials. Strukturparameter können zum Beispiel Ausscheidungen, Versetzungen, Oberflächenrauigkeiten, Spannungen im Material oder Kristallanisotropie sein. Die dynamischen Verluste können nach Gleichung 2.2 wiederum in die nach Formel 2.6 berechenbaren klassischen Verluste (Wirbelstromverluste) P_{cl} und die noch nicht theoretisch beschreibbaren anomalen Verluste P_{an} unterteilt werden. Anomale Verluste entstehen beispielsweise durch Domänenwandbewegungen und Spinrotation die lokale Wirbelströme verursachen.

$$P[f] = P_h + P_{dyn}[f] \quad (2.1)$$

$$P_{dyn}[f] = P_{cl}[f] + P_{an}[f] \quad (2.2)$$

f ist hier die Ummagnetisierungsfrequenz. Rechnerisch erfassbare Wirbelstromverluste in Magnetmaterialien können in Mikro–Wirbelstromverluste P_{cl}^{micro} und Makro–Wirbelstromverluste P_{cl}^{macro} eingeteilt werden. Mikrowirbelstromverluste sind den weichmagnetischen Partikeln in einem PBSMC oder Körnern in einem Material aus 100% Magnetwerkstoff zugeordnet und Makrowirbelstromverluste auf den Gesamtkörper der Probe bezogen, da Partikel in einem PBSMC nicht vollständig voneinander isoliert sind und weitere Wirbelströme entstehen. Diese Einteilung der Verluste ist auch für weichmagnetische Vollkörper möglich, da sich der Gesamtkörper in einzelne Körner einteilen lässt, allerdings aufgrund der fehlenden Isolation zwischen den Körnern weniger sinnvoll.

2 Theorie

Die Formeln 2.3 bis 2.5 wurden aus Maxwells Gleichungen für sphärische Partikel und zylindrische Probenkörper, bzw. balkenförmige Probenkörper mit quadratischer Querschnittsfläche, abgeleitet [1, 15].

$$P_{cl}^{micro}[f] = \sum_{d=d_{min}}^{d=d_{max}} \frac{\left(\frac{\partial B}{\partial t}\right)^2 d^5 \pi}{240 \rho_p} \cdot N[d] \quad (2.3)$$

$$P_{cl}^{macro}[f] = \frac{\left(\frac{\partial B}{\partial t}\right)^2 l D_{Zylinder}^4 \pi}{128 \rho_{PBSMC}} \quad (2.4)$$

$$P_{cl}^{macro}[f] = \frac{\left(\frac{\partial B}{\partial t}\right)^2 l D_{Balken}^4 (\ln 4 - 1)}{8 \rho_{PBSMC}} \quad (2.5)$$

$$\approx \frac{\left(\frac{\partial B}{\partial t}\right)^2 l D_{Balken}^4}{20,7 \rho_{PBSMC}}$$

In den Formeln 2.3 bis 2.5 ist $\frac{\partial B}{\partial t}$ die Änderung der magnetischen Induktion über der Zeit, $N[d]$ die Partikelgrößenverteilung, d der Partikeldurchmesser, ρ_p der spezifische elektrische Widerstand der Partikel, $D_{Zylinder}$ die Probendurchmesser der benutzten zylindrischen Probenkörper, beziehungsweise D_{Balken} die Dicke, bzw. Breite, der benutzen Balkenproben mit quadratischem Querschnitt, l die Probenlänge und ρ_{PBSMC} der spezifischer elektrischer Widerstand des Verbundwerkstoffes. Die gesamten Wirbelstromverluste P_{cl} entsprechen der Summe von P_{cl}^{micro} und P_{cl}^{macro} :

$$P_{cl}[f] = P_{cl}^{micro}[f] + P_{cl}^{macro}[f] \quad (2.6)$$

Voraussetzung für Formel 2.6 ist eine statistische Verteilung der Partikel im PBSMC. Ist diese nicht gegeben, können weitere Wirbelstromverluste P_{cl}^{meso} innerhalb von Partikelanhäufungen auftreten. Eine exakte rechnerische Erfassung dieser Verluste ist nicht möglich sondern müsste mit statistischen Methoden erfolgen. Ein Schema der möglichen auftretenden Wirbelstromverluste in einem PBSMC ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Im Fall eines vollständigen magnetischen Flusses in der Probe und einer relativen magnetischen Permeabilität $\mu \gg 1$ kann $\frac{\partial B}{\partial t}$ durch $\frac{\partial J}{\partial t}$ ersetzt werden [16, 17]. B wird in J durch Vernachlässigung des Luftflusses $\mu_0 H$ überführt, da mit $\mu \gg 1$ in $B = \mu_0 H + J$ die Polarisation $J \gg \mu_0 H$ wird.

$$\frac{\partial B}{\partial t} = 4k_{eff} J_0 f \quad (2.7)$$

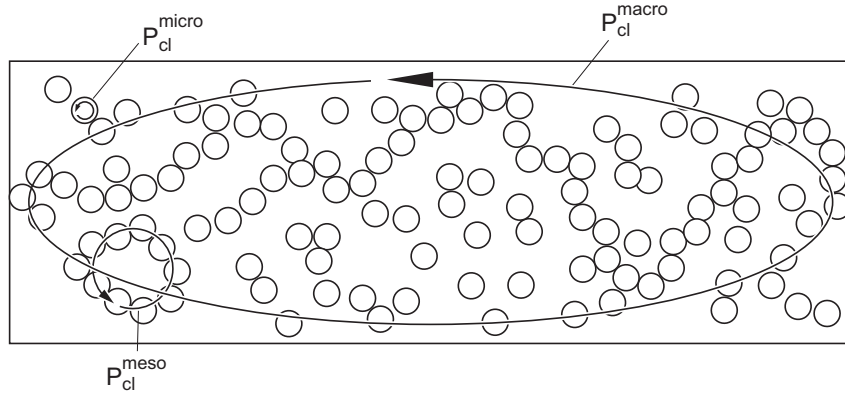


Abb. 2.1: Schema der auftretenden Mikro-, Makro- und Meso-Wirbelstromverluste in einem PBSMC

f ist die Ummagnetisierfrequenz und k_{eff} der Formfaktor des induzierten Spannungssignals U über Periode T [17–19]:

$$k_{eff} = \frac{\sqrt{\frac{1}{T} \int_0^T U^2[t] dt}}{\frac{1}{T} \int_0^T |U[t]| dt} \quad (2.8)$$

Für sinus-, dreiecks- oder rechteckförmige Induktionssignale nehmen die Formfaktoren unterschiedliche Werte an [16]:

$$\text{sinusförmig: } k_{eff} = \frac{\pi}{2\sqrt{2}} \quad (2.9)$$

$$\text{dreieckförmig: } k_{eff} = \frac{2}{\sqrt{3}} \quad (2.10)$$

$$\text{rechteckförmig: } k_{eff} = 1 \quad (2.11)$$

Die effektive Permeabilität μ_{PBSMC} in einem PBSMC ist für geringe Füllgrade x nicht $\mu_{PBSMC} \gg 1$. Dies ist allerdings unerheblich, da sich die Permeabilität der Partikel durch eine Einbettung in Polymermatrix nicht ändert. Allerdings besitzt das Material welches die magnetischen Eigenschaften hervorruft eine Permeabilität $\mu \gg 1$. Die magnetischen Messungen beziehen sich nur aus technischen Gründen auf das Gesamtvolumen eines PBSMC und nicht auf den Volumenanteil der Partikel. Die Gültigkeit von Gleichung 2.7 wurde anhand von Messungen überprüft. Abbildung 2.2(a) zeigt die experimentell ermittelten Gesamtverluste für ein PBSMC gefüllt mit nanokristallinem $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{-Nb}_3\text{B}_9$ bei einem Füllgrad $x = 0,1$ für sinusförmige, rechteckförmige und dreieckförmige

Induktionsspannung bei einer Aussteuerungspolarisation von $J_0 = 0,3T$. Unterschiede in den Verlustleistungen für die jeweilige Induktionssignalform sind klar zu erkennen. Die auf $k_{eff} = 1$ (Rechteck) normierten Verlustleistungen sind in Abbildung 2.2(b) zu sehen. Nach der Umrechnung stimmen die Werte der gemessenen Ummagnetisierungsverluste gut überein, was zeigt, dass k_{eff} richtig angenommen wurde.

Der Zusammenhang zwischen Gesamtverlusten P und Koerzitivfeldstärke H_c für eine Rechteck-Hysterese kann folgendermaßen dargestellt werden:

$$P = 4H_c J_0 f \quad (2.12)$$

Für ideal rechteckige Hysteresekurven stimmt diese Annahme, für reale Kurven kann dies jedoch nur eine Näherung darstellen, da in der Formel weder die Form des Induktionssignales, noch die verlustärmeren Drehprozesse der magnetischen Momente berücksichtigt werden [16].

2.2 Dynamik von Domänenwänden

Der Anteil der anomalen Verluste an den dynamischen Verlusten kann über den frequenzabhängigen Anomalitätsfaktor η ausgedrückt werden. η ist der Quotient der dynamischen und klassischen Verluste.

$$\eta = \frac{P_{dyn}}{P_{cl}} \quad (2.13)$$

In Elektrolechen mit einer starren Blochwandbewegung und auf die Blechdicke bezogenem Blochwandabstand $a > d$ ist diese Funktion mit der Frequenz f monoton steigend und kann nach Pry und Bean [20] folgendermaßen berechnet werden:

$$\eta = \frac{48D_g}{\pi^3} \cdot \frac{a}{d} = 1,50 \cdot \frac{a}{d} \quad (2.14)$$

mit $D_g = 0,9688$ aus Gl. 2.19

Aus den experimentellen ermittelten Anomalitätsfaktoren und der Probenbreite b kann die Anzahl n_{PB} der Domänenwände und dem auf die Probendicke d normierten Blochwandabstand a mit Gl. 2.15 berechnet werden [20].

$$n_{PB} = \frac{b}{a} \quad (2.15)$$

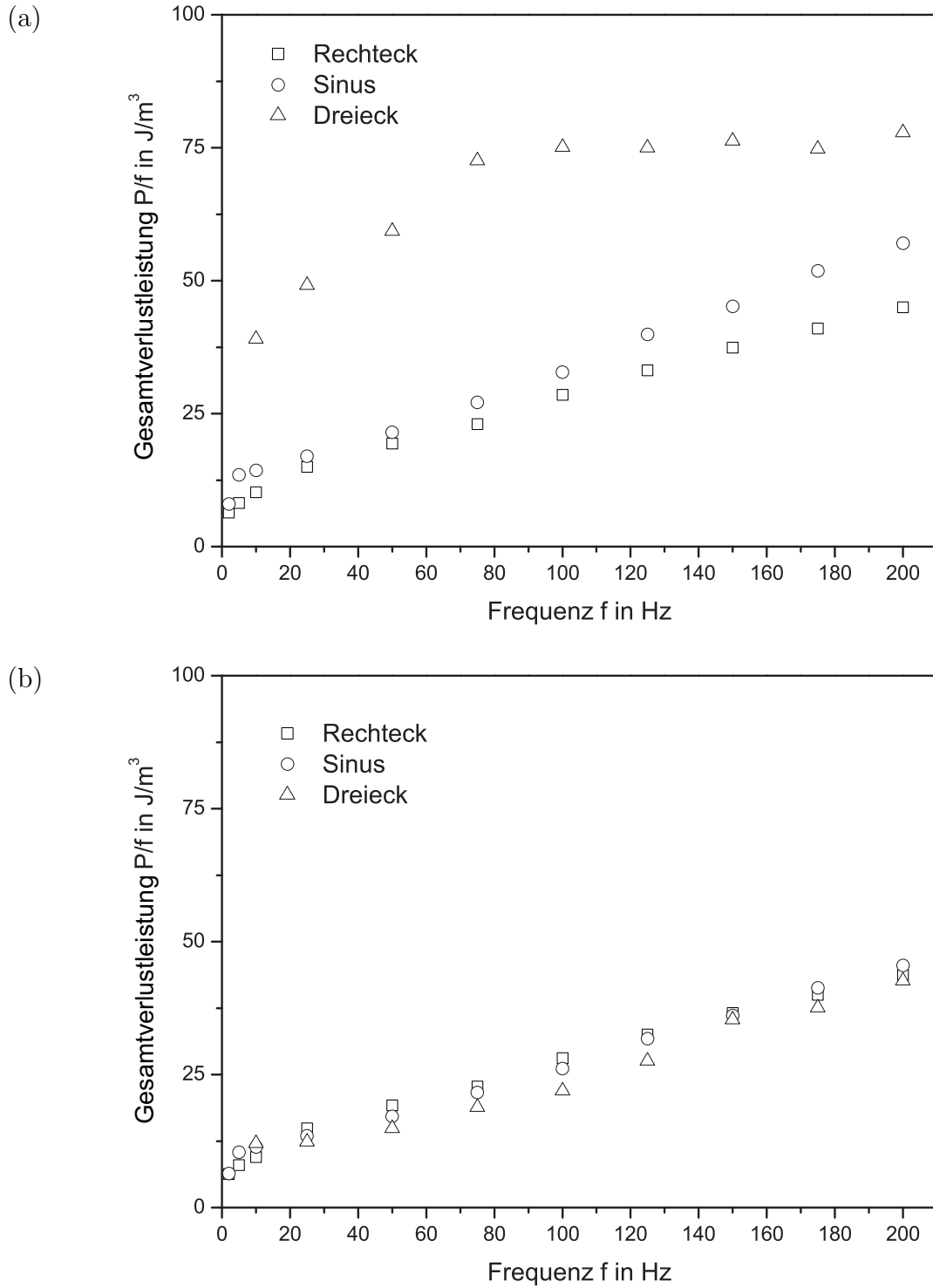


Abb. 2.2: (a) Verlustleistung von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -PP-PBSMCs für $x = 0,1$ mit variierendem Induktionssignal bei $J_0 = 0,3T$;
(b) Verlustleistung von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -PP-PBSMCs für $x = 0,1$ mit auf $k_{eff} = 1$ normiertem Induktionssignal bei $J_0 = 0,3T$

2 Theorie

Da für Gleichung 2.15 eine rechteckförmige Hysteresekurve vorausgesetzt wird, welche nicht gegeben ist, wird die effektive Anzahl von Domänenwänden n_{eff} berechnet.

Wenn man berücksichtigt, dass nicht nur komplette Domänenwände am Ummagnetisierungsprozess teilnehmen, sondern auch Teile von Domänenwänden, dann kann eine effektive Anzahl von aktiven Domänenwänden n_{eff} durch das Überschussfeld H_{exc} (excess field) und dem Feld H_w , welches nach Williams et al. [21] für die Ummagnetisierung durch nur eine Domänenwand benötigt wird, nach Formel 2.16 bestimmt werden:

$$n_{eff}[t] = \frac{H_w[t]}{H_{exc}[f]} \quad (2.16)$$

Mit $t = t + iT$ mit ganzzahligen i und Periodendauer T . Das Überschussfeld H_{exc} ist die Differenz zwischen der dynamischen Koerzitivfeldstärke H_{dyn} bei einer Frequenz f und der statischen Koerzitivfeldstärke H_c bei Frequenz $f \rightarrow 0$.

$$H_{exc}[f] = H_{dyn}[f] - H_c[f = 0] \quad (2.17)$$

H_w lässt sich aus der Domänenwandbeweglichkeit c (Formel 2.18 nach [21]), dem Geometriefaktor D_g (Formel 2.19 nach [21]) und der Domänenwandgeschwindigkeit v (Formel 2.20 nach [20]) bestimmen.

$$c = \frac{\pi^3 \rho}{8 D_g J_s d} \quad (2.18)$$

$$D_g = \sum_{n=0}^{\infty} (2n+1)^{-3} \tanh\left(\frac{\pi}{2}(n+1)\frac{b}{d}\right) \quad (2.19)$$

Hier ist J_s die Sättigungspolarisation. Für $b = d$ wird D_g zu 0,9688.

$$v = \frac{1}{2} a \frac{\partial B}{\partial t} \frac{1}{J_s} \quad (2.20)$$

Aus Formel 2.18, 2.19 und 2.20 lässt sich H_w unter der Annahme dass $a = b$ (nur eine Domänenwand in der Probenbreite) berechnen:

$$H_w[t] = \frac{v}{c} = \frac{4 D_g A_p \frac{\partial B}{\partial t}}{\pi^3 \rho} \quad (2.21)$$

Mit A_p , der Querschnittsfläche eines Partikels, bzw. der Probe.

Streng genommen gilt Gleichung 2.19 und damit auch Gleichung 2.21 nur für Probekörper mit rechteckiger Querschnittsfläche A und Länge $l \gg b \gg d$ und sind somit 2-dimensionale Problemstellungen. Formel 2.21 ist für ein PBSMC mit Füllgrad $x = 1$ mit

$l \gg b \gg d$ anwendbar. Mit zunehmender Abweichung von diesen Voraussetzungen, das heißt mit Absenkung des Anteils weichmagnetischen Materials im PBSMC entfernt man sich immer weiter von der Theorie. Die Berechnung der effektiven Blochwandanzahl über das von Williams et al. angegebene Feld H_w und das Überschussfeld H_{exc} erfolgt trotzdem, da sich zeigen wird, dass sich einige magnetische Effekte erklären lassen.

2.3 Koerzitivfeldstärke

Allgemein wurde die Berechnung der Koerzitivfeldstärke für PBSMCs nach Néel [22] folgendermaßen beschrieben:

$$H_c[x] = H_c[0](1 - x) \quad (2.22)$$

In dieser Formel ist die Koerzitivfeldstärke bei einem bestimmten Füllgrad x als $H_c[x]$ definiert. Für eine unendliche Verdünnung des Polymers, also für $x \rightarrow 0$, ist $H_c[x] = H_c[0]$. Diese einfache Darstellung wurde von Wohlfarth in [23, 24] kritisiert, da es von einer theoretischen Koerzitivfeldstärke von $H_c[1] = 0$ ausgeht. Die Koerzitivfeldstärke für ein ferromagnetisches Vollmaterial ist im Vergleich zu magnetisch gefüllten Polymeren klein, aber niemals Null. Auch ist in einem realen PBSMC bei einem Füllgrad $x = 0$ keine Koerzitivfeldstärke definiert, da hier kein ferromagnetisches Material mehr vorhanden ist. In [25] ist von Kneller die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke für ein Material, bestehend aus zwei ferromagnetischen Phasen beschrieben. Beeinflussend ist in diesem Fall nicht nur die Koerzitivfeldstärke der einzelnen Anteile weichmagnetischen Materials, sondern auch die Permeabilität der einzelnen Materialien. Das Material mit der höheren Permeabilität bindet die Koerzitivfeldstärke stärker als das Material geringerer Permeabilität, wie in Abbildung 2.3 schematisch dargestellt ist. Das von Kneller dargestellte Beispiel ist allerdings nicht gut gewählt, da es sich in Abb. 2.3(b) um eine gescherte Kurve mit $H_{c,1}$ handelt.

Im Allgemeinen weisen Materialien hoher Permeabilität eine geringere Koerzitivfeldstärke auf als Materialien geringerer Permeabilität und sind somit magnetisch weicher.

Die Koerzitivfeldstärke ist solange an das magnetisch weichere Material gebunden und beträgt ungefähr deren Wert bis die Polarisationsanteile ungefähr $J_{s,1} \cdot x_1 \geq J_{s,2} \cdot x_2$ (Index

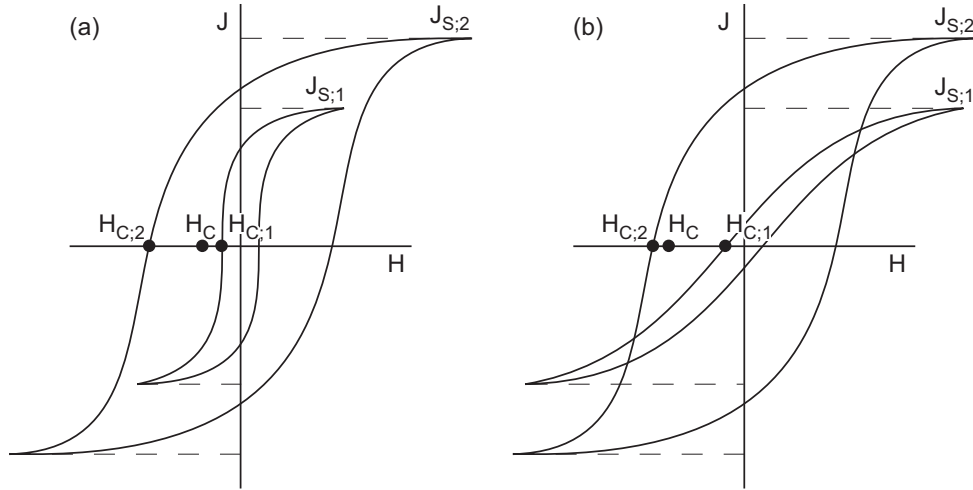


Abb. 2.3: Schematische Darstellung der resultierenden Koerzitivfeldstärke H_c eines 2-Phasen Werkstoffes mit Sättigungspolarisation $J_{s;1} : J_{s;2}$ und Anteil $x_1 : x_2$ gleich 2 : 3 und Koerzitivfeldstärke $H_{c;2} \gg H_{c;1}$ aus [25]

1 für das magnetisch weichere Material, Index 2 für das magnetisch härtere Material und $x_2 = 1 - x_1$) betragen. Sinkt der Anteil $J_{s;1} \cdot x_1$ weiter ab steigt die Koerzitivfeldstärke des Composites stark an bis sie die Koerzitivfeldstärke des magnetisch härteren Materials erreicht hat (dargestellt in Abb. 2.4 aus [26]).

Mit $x_2 = 1 - x_1$ wird die Gleichung aus [25] zu Gleichung 2.23.

$$x_{1;g} = \frac{J_{s;2}}{J_{s;1} + J_{s;2}} \quad (2.23)$$

mit $x_{1;g}$, dem Grenzwert ab dem die Koerzitivfeldstärke mit Verringerung von x_1 beginnt stark anzusteigen.

Die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke von der Partikelgrößenverteilung im Mikrometerbereich in PBSMCs ist bereits in [22, 27] gezeigt worden und ist durch folgende Gleichung definiert [28]:

$$H_c[d] = H_{c,0} + \text{const} \cdot \frac{1}{d} \quad (2.24)$$

mit $H_{c,0}$ für sehr große Partikel und Partikeldurchmesser d .

Mager [29] erklärt dieses Verhalten mit einem ungünstigeren *Oberfläche zu Volumen* Verhältnis für kleinere Partikel was zu einer höheren Anzahl von Versetzungen, Fehler und Partikelwänden führt und die Domänenwände an ihrer Bewegung beim Ummagnetisierungsprozess gehindert werden.

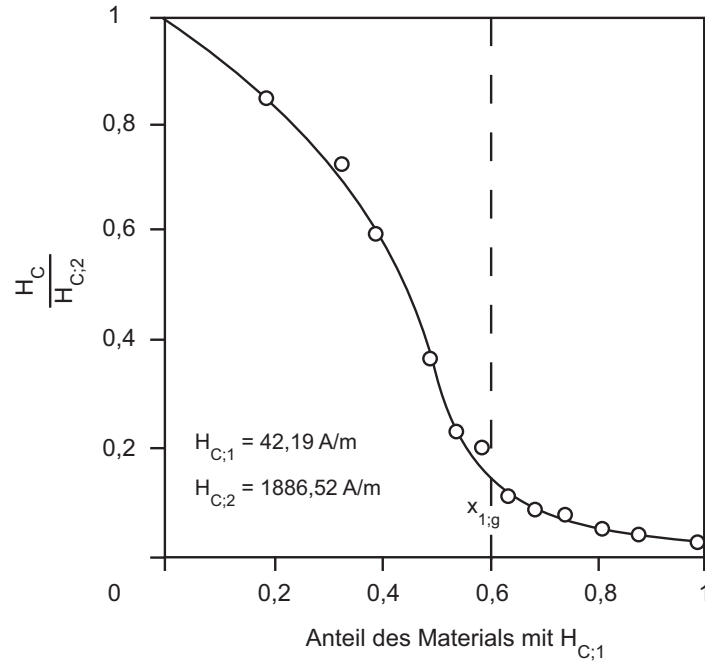


Abb. 2.4: Resultierende Koerzitivfeldstärke H_c eines 2-Phasen Werkstoffes als Funktion von $H_{c,2}$ nach [26]

Kittel beschrieb die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Durchmesser folgendermaßen:

$$H_c / H_c^{max} = 1 - (d/d_0) \quad (2.25)$$

Mit der maximalen Koerzitivfeldstärke H_c^{max} für sehr kleine Partikel mit Durchmesser d_0 . Diese Formel beruht auf der Annahme, dass die Oberflächenenergiedichte einer Blochwand gleich der magnetischen Energie des Blochwandmaterials und der Änderung magnetischen Eigenenergie eines sphärischen Partikels ist [30, 31]. Allerdings wurde gezeigt, dass diese Näherung nicht korrekt ist und dass die Partikelgrößenabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke mit diesem Modell nicht zufrieden stellend beschrieben werden kann.

Auch besteht für sehr kleine Partikel die $1/d$ -Abhängigkeit nicht mehr. Ab einer Partikelgröße $d \approx 100\text{nm}$ sinkt die Koerzitivfeldstärke mit einer d^6 -Abhängigkeit bis zu einem Wert nahe bei Null stark ab [32] und führt zu superparamagnetischen Eigenschaften. Dargestellt in Abbildung 2.5(a) ist die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Korndurchmesser d in weichmagnetischen Materialien. Da mit sinkender Partikelgröße auch die maximale Korngröße verringert wird, und damit die durchschnittliche Korngröße, ist

diese Darstellung auch für Partikeldurchmesser gültig.

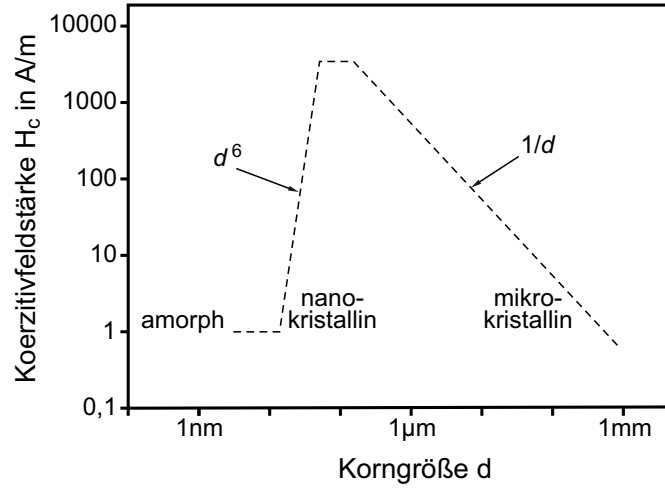


Abb. 2.5: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c vom Korndurchmesser d nach [32]

Der superparamagnetische Effekt steht in Zusammenhang mit der Größe der weichmagnetischen Partikel, eingebettet in einer unmagnetischen Matrix. Unterschreitet die Partikelgröße einen kritischen Wert im nm -Bereich, so ist die thermische Energie größer als die Kristallanisotropieenergie eines Partikels. Dies führt dazu, dass die Magnetisierungsrichtung nicht mehr stabil bleibt, sondern durch thermische Schwankungen verändert wird. Diese Materialien verhalten sich paramagnetisch und zeigen keine magnetische Hysterese.

2.4 Sättigungspolarisation

Die Sättigungspolarisation J_s eines PBSMC in Abhängigkeit des Füllgrades lässt sich mit Formel 2.26 beschreiben:

$$J_s[x] = J_s \cdot x \quad (2.26)$$

Diese lineare Abhängigkeit kann durch folgende Überlegung erklärt werden: bei der Messung muss die aus dem gemessenen induzierten Spannungssignal ermittelte Polarisation auf ein Probenvolumen bezogen werden, welches dem Volumen des Gesamtkörpers entspricht. Ein PBSMC mit beispielsweise 10-vol.% Anteil weichmagnetischen Materials besitzt, besteht aus nur 1/10 des Gesamtvolumens aus Magnetmaterial und somit beträgt

die Sättigungspolarisation eines PBSMC auch nur 1/10 der Sättigungspolarisation des weichmagnetischen Füllmaterials. Würde die Messung auf das, die Spannung induzierende, Volumen des Füllmaterials bezogen, würde die Sättigungspolarisation nicht linear mit dem Füllgrad x verringert sondern beim Wert des Vollmaterials liegen.

2.5 Magnetische Perkolation

Um die nächsten 2 Abschnitte besser darstellen zu können ist es hilfreich die magnetische Perkolation zu beschreiben. Perkolation ist als das zufällige Ausbilden von zusammenhängenden Gebieten (Agglomeraten) durch Partikelanhäufungen definiert. Der Füllgrad in einem PBSMC ab dem sich die Partikel gegenseitig beeinflussen, wird Perkolationsschwelle genannt.

Ein sphärischer Partikel, einem gleichmäßigen magnetischen Feld ausgesetzt, verzerrt dieses in unmittelbarer Nähe des Partikels [33, 34] (Abb. 2.6). Berechnungen haben gezeigt, dass ab einem Abstand a (vom Partikelmittelpunkt) des 2,7-fachen der Partikelradien r die Partikel nur dem äußeren magnetischen Feld ausgesetzt sind und nicht dem verzerrten Feld des Nachbarpartikels. Besitzen die Partikel einen Abstand a kleiner als $2,7 \cdot r$ werden sie durch das äußere Magnetfeld und durch die Nachbarpartikel beeinflusst. Ein direkter Kontakt der Partikel zur gegenseitigen Beeinflussung ist demzufolge nicht notwendig.

Für ein PBSMC mit statistisch verteilten Partikeln liegt die magnetische Perkolationsschwelle bei $x = 0,2$. Unter diesem Füllgrad liegen die Partikel weit genug auseinander um sich nicht gegenseitig zu beeinflussen, darüber ist der Abstand so gering, dass Kooperativphänomene auftreten. Es gilt $a/r = (4\pi/3x)^{1/3}$ [35].

Zu unterscheiden ist die magnetische Perkolation von der elektrischen. Während die magnetische Perkolation kontaktlos erfolgen kann, ist für die elektrische Perkolation ein direkter Kontakt erforderlich. Aus diesem Grund liegt die Perkolationsschwelle für die elektrische Leitfähigkeit von metallisch gefüllten Polymeren bei $x = 0,33$ für sphärische Partikel. Ab diesem Füllgrad liegen die Partikel so dicht gepackt, dass sie sich berühren und leitende Bahnen im Polymer bilden.

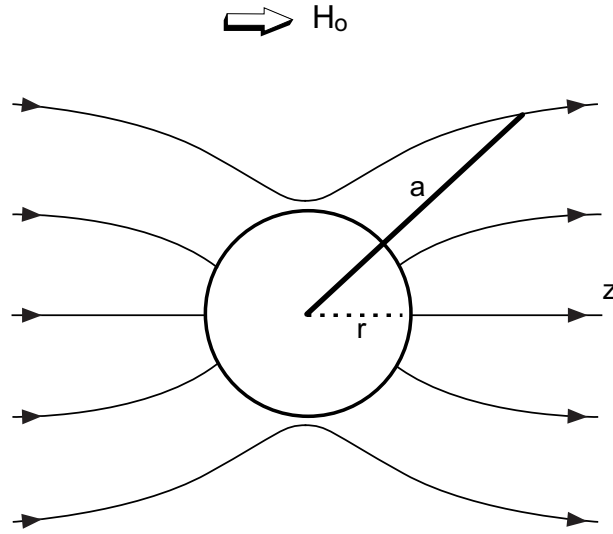


Abb. 2.6: Schematische Darstellung der Verzerrung des äußeren Magnetfeldes durch einen sphärischen Partikel [33]

2.6 Entmagnetisierungsfaktor

Außer bei einem geschlossenem Ringkern aus homogenem Vollmaterial entsteht bei jedem magnetischen Kern ein äußeres, geometrieabhängiges Entmagnetisierungsfeld, welches das angelegte Feld H_0 auf $H_i = H_0 - N_a M$ reduziert (H_i ist das magnetische Feld innerhalb der Probe, N_a der äußere, geometrische Entmagnetisierungsfaktor und M die Magnetisierung). Exakt berechenbar ist der äußere Entmagnetisierungsfaktor von rotationssymmetrischen Ellipsoiden [25], da in dieser Probenform eine homogene Magnetisierung auftritt. Für andere Probenformen ist die Berechnung des äußeren Entmagnetisierungsfaktors in [36] beschrieben. Berechnungen für eine Reihe von Geometrien wurden von diversen Autoren durchgeführt und in Tabellen aufgelistet (zum Beispiel [1, 25, 28]).

Eine Möglichkeit, den Entmagnetisierungsfaktor experimentell zu bestimmen, ist der Vergleich einer gemessenen Hysteresekurve mit einer idealen Hysteresekurve. Die Steigung für niedrige Magnetisierungen M einer idealen Kurve ist unendlich und zeigt kein entmagnetisierendes Feld (Schema in Abb. 2.7). Durch Bestimmung des Winkels α zwischen experimenteller und idealer Hysteresekurve bei niedriger Magnetisierung M kann N nach Gleichung 2.27 berechnet werden [37]. Es ist demzufolge möglich, den Entmagnetisie-

rungsfaktor direkt aus der Scherung der Hysteresekurve zu bestimmen [38].

$$\tan \alpha = \frac{H}{M} = N \quad (2.27)$$

Der Grund für die Bezeichnung N , anstatt N_a , soll im Nachhinein erklärt werden.

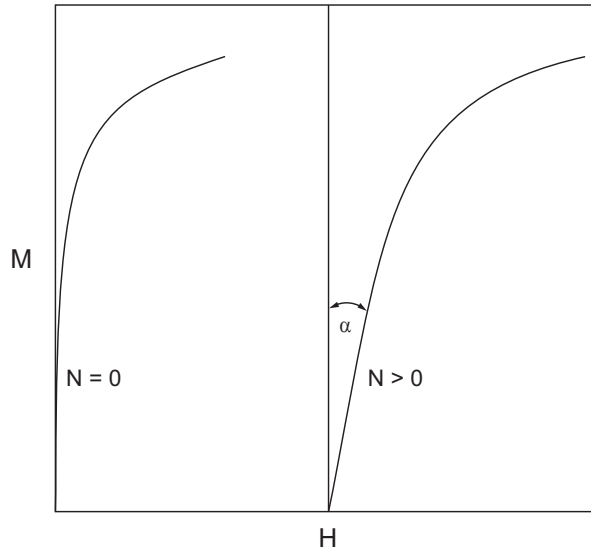


Abb. 2.7: Schema zur Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors N durch Ermittlung der Steigung einer Magnetisierungskurve nach [37]

Bei Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors eines PBSMC, und auch eines Vollmaterials, auf die von Kahan in [37] vorgestellte Weise können starke Abweichungen zu höheren Werten von den theoretischen Werten festgestellt werden. Ein Polymer gefüllt mit weichmagnetischen Partikeln besteht nicht aus 100% homogenem, weichmagnetischem Material. Die Polymermatrix stellt in diesem Fall unmagnetische Lücken im magnetischen Werkstoff dar. Auf diese Weise entstehen in einem magnetisch gefüllten Polymer zusätzliche innere entmagnetisierende Felder um die einzelnen Partikel (Abb. 2.8). So kann selbst ein Ringkern noch einen Entmagnetisierungsfaktor besitzen, der als innerer Entmagnetisierungsfaktor N_i bezeichnet wird. Für ein Metall-Polymer-Composite mit einem Metallanteil $x \rightarrow 0$, was bedeutet, dass sich im Extremfall nur ein infinitesimal kleiner Partikel im Probenkörper befindet, nimmt der Entmagnetisierungsfaktor des Composites den Wert des geometrischen Entmagnetisierungsfaktors eines einzelnen Partikels N_p an, der wiederum von der äußeren Form des Partikels abhängt. Der Entmagnetisierungsfaktor eines sphärischen Partikels beträgt $N_{\text{sphärisch}} = 1/3$ [25]. Erwähnt werden muss, dass selbst in

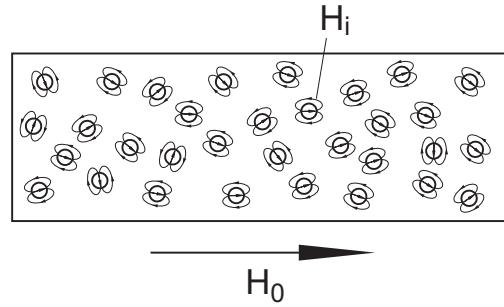


Abb. 2.8: Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit $x < 0,2$. Die Pfeile in den Partikeln deuten die magnetisch leichte Richtung der Partikel an.

einem einzelnen Partikel wiederum ein innerer Entmagnetisierungsfaktor, zum Beispiel hervorgerufen durch unmagnetische Einschlüsse oder eine Vielzahl an Korngrenzen, auftreten kann.

Mit steigendem Füllgrad wird der innere Entmagnetisierungsfaktor auf ein Minimum reduziert (Abbildung 2.9(a)). Verantwortlich für den Gesamtverlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors über x ist die Tatsache, dass die Partikel für $x < 0,2$ voneinander isoliert vorliegen und sich gegenseitig nicht beeinflussen (siehe Abschnitt 2.5). Der Gesamtentmagnetisierungsfaktor muss für jeden einzelnen Partikel betrachtet werden und es liegt nur der innere Entmagnetisierungsfaktor vor. Durch Verringerung der Partikelabstände mit Erhöhung des Füllgrades treten Kooperativphänomene im Composite auf, die das innere Entmagnetisierungsfeld reduzieren (Abb. 2.9(a)) [39].

Zusätzlich zur Änderung des inneren Entmagnetisierungsfaktors gibt es noch eine Veränderung des äußeren Entmagnetisierungsfaktor N_a über x . Wenn die Konzentration der weichmagnetischen Partikel unterhalb der Perkolationsschwelle liegt ist der äußere magnetische Fluss unterbrochen und nur innere entmagnetisierende Felder entstehen. Über der Perkolationsschwelle führt eine Entlokalisierung der magnetischen Pole zu einem Anstieg des äußeren Entmagnetisierungsfaktors von 0 zum maximalen Wert (Abbildung 2.9(b) sowie Abbildung 2.10). Durch die auftretenden Kooperativphänomene und Kontakte zwischen den Partikeln entstehen Materialanhäufungen innerhalb eines PBSMC die von der eigentlichen Partikelform abweichen. In [40] (Abbildung 2.11) wurde angenommen, dass jede Anhäufung von Partikeln in Agglomeraten ellipsoider Form mit einem Entmagne-

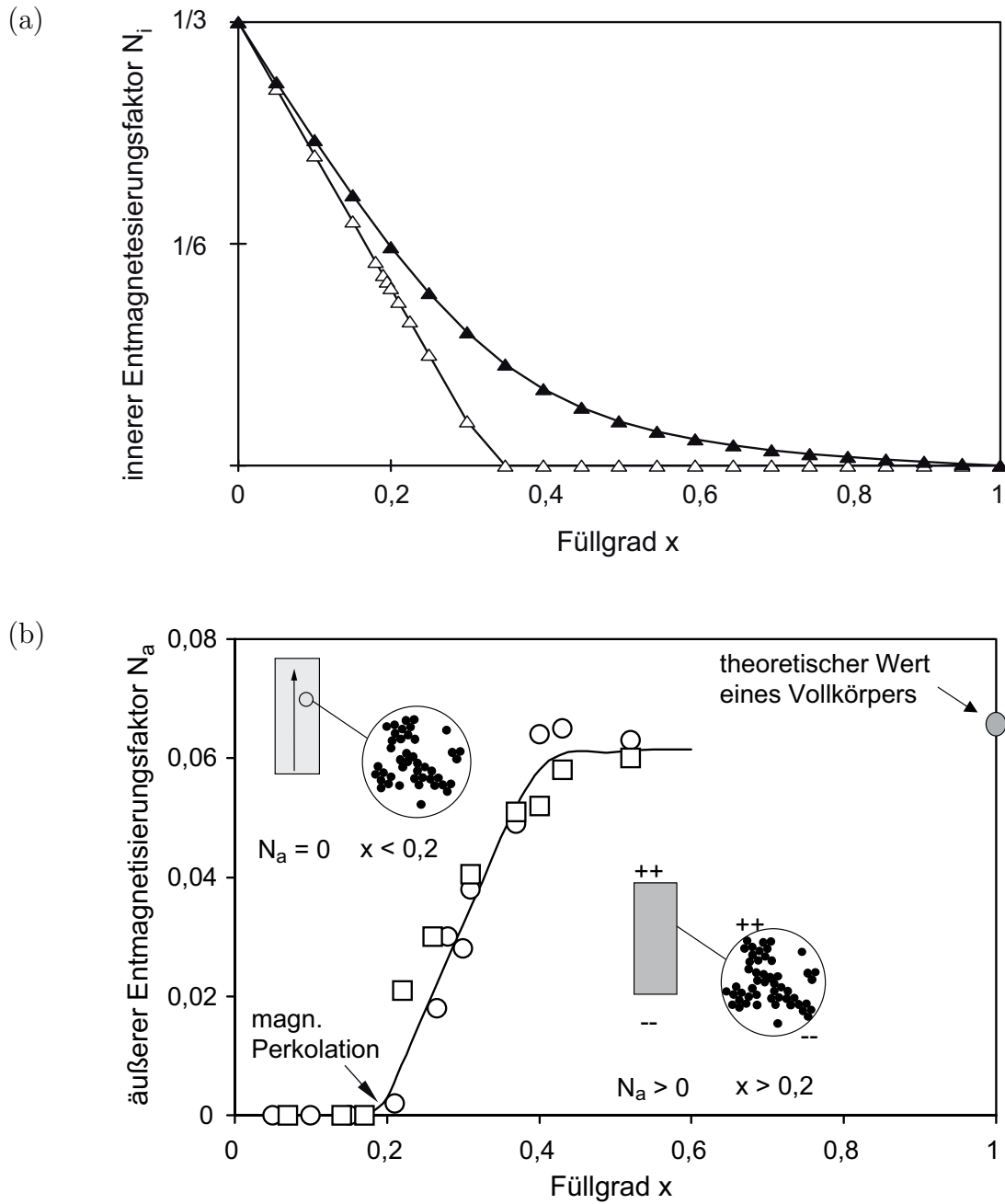


Abb. 2.9: (a) Berechneter Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors (\blacktriangle für $\mu = 20$, \triangle für $\mu = \infty$) gegen Füllgrad x für sphärische Partikel [39];
(b) Verlauf des äußeren Entmagnetisierungsfaktors eines Probekörpers gegen Füllgrad x mit den Partikeldurchmessern $100\mu m$ (\square) und $3\mu m$ (\circ) [39]

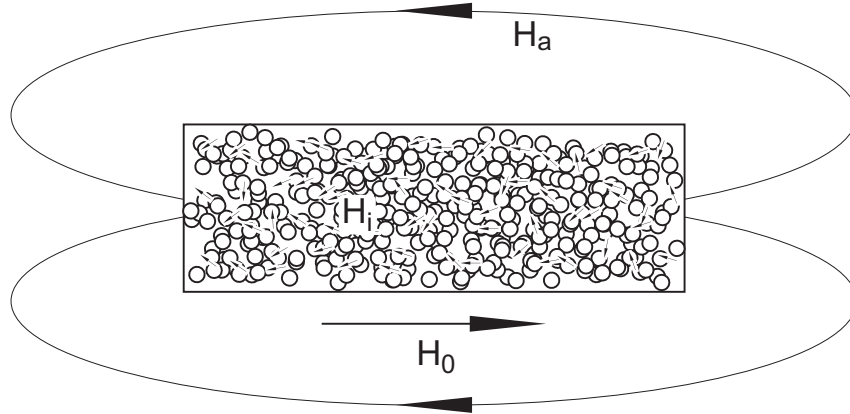


Abb. 2.10: Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit $x > 0,2$. Die Pfeile innerhalb des PBSMCs deuten die inneren entmagnetisierenden Felder an

tisierungsfaktor N_z resultiert. Die Wahrscheinlichkeit, in welcher Form sich die Partikel anhäufen, hängt vom Füllgrad ab. Bei geringen Füllgraden tendiert die häufigste Verbindungsform der Partikel zu Ketten, mit dem Ergebnis, dass ein PBSMC ähnliche magnetische Eigenschaften zeigt wie ein Composite mit nadelförmigen Partikeln [41].

Steigt der Anteil der Partikel im Polymer wachsen die Anhäufungen in alle Richtungen und tendieren zu einer sphärischen Form.

Die Abhängigkeit des inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i vom Füllgrad x kann mit:

$$N_i[x] = \frac{\mu_p - \mu_{PBSMC}[x]}{\mu_{PBSMC}[x](\mu_p - 1)} N_p \quad (2.28)$$

berechnet werden [39]. Hier ist $\mu_{PBSMC}[x]$ die Permeabilität des Composites bei einem bestimmten Füllgrad x , μ_p die Permeabilität der benutzten weichmagnetischen Partikel und N_p der Entmagnetisierungsfaktor eines Partikels.

Graphisch dargestellt ist der Verlauf in Abbildung 2.9(a). Diese Darstellung des inneren Entmagnetisierungsfaktors basiert auf der Theorie der effektiven Medien (Effective Medium Theory — EMT) von Bruggeman und Landauer [42], die eine Perkolationschwelle im elektrischen Verhalten von Compositen voraus sagt. Gezeigt wird in [39, 43, 44], dass eine ähnliche Näherung zu einer guten Beschreibung der Wechselwirkungen in ungeordneten Heterostrukturen führt. Eine Herleitung, welche die effektive Permeabilität in einem Composite μ_{PBSMC} von zufällig verteilten Ellipsoiden gleicher Form, charakterisiert durch

ihre Permeabilität μ_m und ihrem geometrischen Entmagnetisierungsfaktor \vec{N} (mit den Komponenten N_x , N_y , N_z), eingebettet in einer nichtmagnetischen Matrix und einem uniaxialen Magnetfeld ausgesetzt, führt zu Gl. 2.28.

Zu beachten ist, dass sich die Berechnung des inneren Entmagnetisierungsfaktors in diesem Fall nur auf den Anteil von weichmagnetischem Material beschränkt und auf $N_i = 0$ reduziert wird. In einem realen Material kann durch Partikelwände, Korngrenzen, Mischkristallen oder inneren Spannungen ein innerer Entmagnetisierungsfaktor verbleiben. Zum Beispiel wurde in [37] gezeigt, dass für stark verformte Stähle, im Vergleich zu nicht verformten Stählen, bereits ein höherer innerer Entmagnetisierungsfaktor zu finden ist.


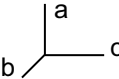
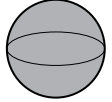

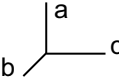


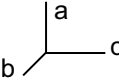


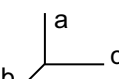


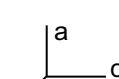
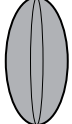
Agglomerat	formähnlicher Ellipsoid	c/a	N
	 	1	1/3
	 	2	0,173
	 	3	0,108
	 	2,5	0,089
	 	0,3	0,661

Abb. 2.11: Veränderung des Entmagnetisierungsfaktors durch Agglomeratbildung [40]

Der Gesamtentmagnetisierungsfaktor N eines gefüllten Polymers setzt sich demzufolge zusammen aus dem inneren Entmagnetisierungsfaktor N_i (abhängig vom allgemeinen Gefügestand und Partikelform, -größe und -anteil des Pulvermaterials bezogen auf den Füllgrad) und dem äußeren Entmagnetisierungsfaktor N_a (abhängig von Probenform des Gesamtkörpers und Anteil von weichmagnetischem Material in der Polymermatrix). Es gilt Gleichung 2.29 [37]:

$$N = N_i + N_a \quad (2.29)$$

2.7 Permeabilität

Um die Permeabilität eines Materials gefüllt mit einem bestimmten Anteil an weichmagnetischen Partikeln abschätzen zu können gibt es eine Reihe von mathematischen Modellen. Aus Gründen der mathematischen Analogie können diese Modelle ebenso auf die dielektrische Konstante, elektrische Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit und Diffusion in gefüllten Polymeren angewandt werden, beziehungsweise entstammen aus einem dieser Themengebiete. Die aufgelisteten Formeln stammen aus [6, 45–51]. Ein Teil der Modelle (Gl. 2.30 – 2.35) wurde ausgewählt, da sie auf physikalischen Grundlagen basieren und die Grundlage für komplexere, erweiterte Modelle bilden. Ein anderer Teil (Gl. 2.37 und 2.38) wurde gewählt, da diese Modelle trotz einer nicht vorhandenen physikalischen Relevanz häufig Anwendung finden und die Messwerte gut beschreiben.

Für folgende Modelle muss davon ausgegangen werden, dass keine Wechselwirkungen zwischen den Partikeln stattfinden, was bedeutet, dass sie nur auf relativ geringe Füllgrade unterhalb der Perkolationsschwelle (siehe Abschnitt 2.5) anwendbar sind. Weiterhin wird angenommen, dass die Permeabilität der weichmagnetischen Partikel μ_p unendlich groß ist. Die Permeabilität der Polymermatrix μ_m kann als 1 angenommen werden.

Rayleigh:

$$\mu_{PBSMC} = \mu_m \left(1 + \frac{3x}{1 - x - 1,65x^{\frac{10}{3}}} \right) \quad (2.30)$$

Bruggeman:

$$\mu_{PBSMC} = \frac{\mu_m}{(1 - x)^3} \quad (2.31)$$

Böttcher:

$$\mu_{PBSMC} = \frac{\mu_m}{1 - 3x} \quad (2.32)$$

de Loor:

$$\mu_{PBSMC} = \mu_m \frac{1 + x}{1 - 2x} \quad (2.33)$$

van Beek:

$$\mu_{PBSMC} = \mu_m \frac{1 - x}{1 - 4x} \quad (2.34)$$

Weitere mathematische Modelle benutzen die Permeabilität der Füllpartikel μ_p als zusätzliche Variable.

sym. Bruggeman:

$$\mu_{PBSMC} = \frac{1}{4} \left[3x(\mu_p - \mu_m) + 2\mu_m - \mu_p + \sqrt{(1-3x)^2\mu_p^2 + 2(2+9x-9x^2)\mu_p\mu_m + (3x-2)^2\mu_m^2} \right] \quad (2.35)$$

Cheng–Vachon:

$$\begin{aligned} \mu_{PBSMC} &= \frac{1-C_A}{\mu_m} + \frac{1}{\sqrt{C_B(\mu_p - \mu_m) [\mu_m + C_A(\mu_p - \mu_m)]}} \\ &\quad \cdot \ln \frac{\sqrt{\mu_m + C_A(\mu_p - \mu_m)} + \frac{C_A}{2} \sqrt{C_B(\mu_p - \mu_m)}}{\sqrt{\mu_m + C_A(\mu_p - \mu_m)} - \frac{C_A}{2} \sqrt{C_B(\mu_p - \mu_m)}} \quad (2.36) \\ &\text{mit } C_A = \sqrt{\frac{3x}{2}} \text{ und } C_B = \sqrt{\frac{2}{3x}}. \end{aligned}$$

Agari–Uno:

$$\mu_{PBSMC} = \exp [x C_2 \log (\mu_p) + (1-x) \log (C_1 \mu_m)] \quad (2.37)$$

mit C_1 , dem Faktor des Einflusses der Kristallinität und Kristallgröße im Polymer und C_2 , dem Faktor der aussagt, wie leicht sich leitende Ketten des Füllstoffes im Polymer bilden. C_1 und C_2 müssen empirisch aus den Versuchen ermittelt werden.

McLachlan:

$$\begin{aligned} \mu_{PBSMC} &= 2^{-z} \left[\frac{1}{\hat{x}_{pc}} \left(-\mu_m^{\frac{1}{z}} - \mu_p^{\frac{1}{z}} \hat{x} + \mu_m^{\frac{1}{z}} \hat{x} + \mu_p^{\frac{1}{z}} \hat{x}_{pc} + \mu_m \hat{x}_{pc} + \right. \right. \\ &\quad \left. \left. \sqrt{4\mu_p^{\frac{1}{z}} \mu_m^{\frac{1}{z}} \hat{x}_{pc} [1 - \hat{x}_{pc}] + [\mu_m^{\frac{1}{z}} + \mu_p^{\frac{1}{z}} \hat{x} - \mu_m^{\frac{1}{z}} \hat{x} - \mu_p^{\frac{1}{z}} \hat{x}_{pc} - \mu_m^{\frac{1}{z}} \hat{x}_{pc}]^2} \right) \right]^z \quad (2.38) \end{aligned}$$

hier ist $\hat{x} = 1 - x$, der Anteil des Polymers im PBSMC, und \hat{x}_{pc} die magnetische Perkolationschwelle bezogen auf den Füllgrad des Polymers. z ist ein empirischer Exponent bezogen auf \hat{x}_{pc} und die Form der weichmagnetischen Partikel.

Ein selbstkonsistentes Modell, welches von Hashin und Shtrikman [6] entwickelt wurde, nimmt an, dass die Permeabilität eines 2-Phasen Materials zwischen der unteren Grenze μ^{HS-} und der oberen Grenze μ^{HS+} liegen muss:

$$\mu_{PBSMC} = \mu^{HS-} = \mu_m \frac{2\mu_m + \mu_p - 2x(\mu_m - \mu_p)}{2\mu_m + \mu_p + x(\mu_m - \mu_p)} \quad (2.39)$$

$$\mu_{PBSMC} = \mu^{HS+} = \mu_p \frac{2\mu_p + \mu_m - 2(1-x)(\mu_p - \mu_m)}{2\mu_p + \mu_m + (1-x)(\mu_p - \mu_m)} \quad (2.40)$$

2.8 Packungsdichte

Zum Erreichen einer hohen Sättigungspolarisation und einer hohen Permeabilität (vgl. Abschnitt 2.4 und 2.7) ist die Packungsdichte ein wichtiger Aspekt. Für eine Mischung mit unimodaler Partikelgrößenverteilung liegt bei einer kubisch-flächenzentrierten (kfz) Anordnung und sich berührenden Partikeln die höchst mögliche Packungsdichte $x = 0,7405$. Für eine einfach kubische Anordnung ist $x = 0,5236$.

Sind die Partikel in kfz-Ordnung gepackt, entstehen zwischen den Partikeln Hohlräume. In der Kristallographie werden dieser Hohlraum als Oktaederlücke bezeichnet, wie in Abbildung 2.12(a) dargestellt.

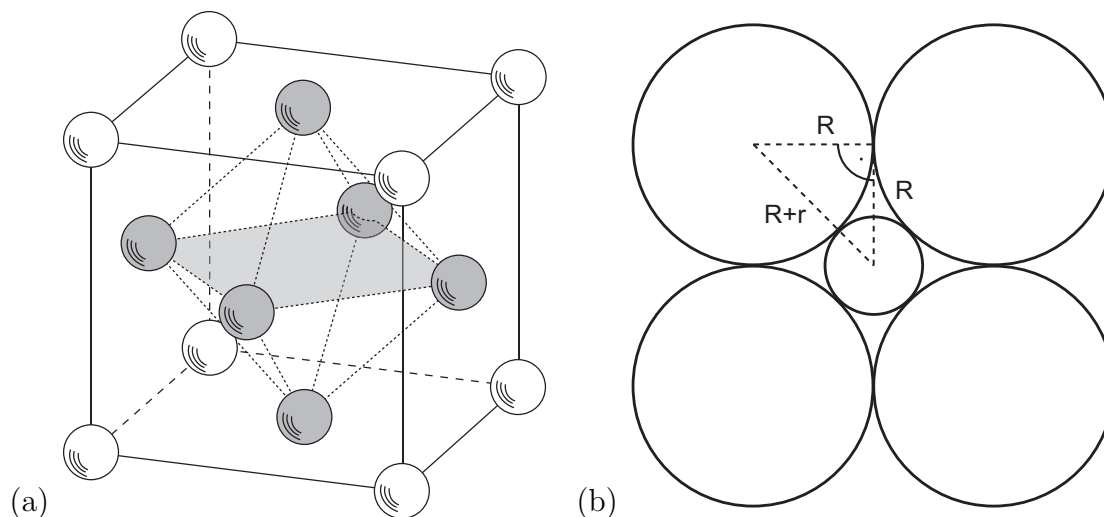


Abb. 2.12: (a) Schematische Darstellung des kfz-Gitters mit Oktaederlücke;
(b) Schnitt durch ein kfz-Gitter mit maximal ausgefüllter Oktaederlücke

Ein bekanntes Beispiel für diese Anordnung ist Natriumchlorid. Hier füllen die Natriumionen die Lücken der kubisch-flächenzentrierten Chloridverbindung.

Der zusätzliche Partikel befindet sich idealerweise in der Mitte des Oktaeders. Wird die Schnittebene (in Abbildung 2.12(a) grau unterlegt) betrachtet, befindet sich der eingelagerte Partikel zwischen 4 Partikeln des kfz-Gitters in gleicher Ebene. Der maximal mögliche Radius für diesen Partikel kann mit Hilfe von Abbildung 2.12(b) folgendermaßen berechnet werden:

$$r = (\sqrt{2} - 1)R \approx 0,414 \cdot R \quad (2.41)$$

Die Packungsdichte steigt bei einer perfekten kfz-Anordnung und maximal möglich gro-

dem Radius des kleineren Partikels von $x = 0,7405$ auf $0,81$ an. Das Mengenverhältnis der Partikel zueinander beträgt $1 : 1$.

Im Fall einer kubisch einfachen Anordnung würde der Radius des lückenfüllenden Partikels das 0,723-fache der Gitterpartikel betragen. Es erhöht sich die Packungsdichte von $x = 0,5236$ auf $0,729$. Die neu entstandenen, kleineren Lücken in der Packung können wiederum durch Partikel mit passendem Radius ausgefüllt werden. Durch den Einsatz einer breiten Partikelgrößenverteilung lassen sich auf diese Weise hohe Packungsdichten erreichen. Dies kann beliebig fortgeführt werden.

Zu erwähnen ist, dass sich die Partikel während des Spritzgussprozesses in seltenen Fällen im kfz-Gitter anordnen. Auch dürfte die kubische Anordnung eher nur in lokalen Ausnahmefällen anzutreffen sein. Die reale Anordnung erfolgt statistisch. Als Packungsdichte einer monomodalen Mischung ist laut [52] $x \approx 0,6$ anzunehmen. Yerazunis et al. [53] haben durch experimentelle Untersuchungen und der Erstellung einer empirischen Gleichung festgestellt, dass die höchst mögliche Packungsdichte von $x \approx 0,86$ für eine bimodale Mischung sphärischer Partikel bei einem Durchmesser Verhältnis von $D/d = \infty$ (D — Durchmesser der großen Partikel, d — Durchmesser der kleinen Partikel) und einem Anteil großer Partikel in der Mischung von $0,7$ liegt. Auch für kleinere Durchmesser Verhältnisse lassen sich hohe Dichten erreichen. Für ein Verhältnis $D/d = 180$ und $D/d = 67,7$ liegt die Packungsdichte bei $0,85$; beziehungsweise bei $0,84$. Der Anteil großer Partikel in der Mischung bleibt bei $0,7$.

Verringert werden kann die Packungsdichte durch Agglomeration kleiner Partikel. Die Anziehungskräfte zwischen den einzelnen Partikeln werden größer, hervorgerufen durch die große Partikeloberfläche im Vergleich zur Partikelmasse. Die Anwesenheit einer flüssigen Phase begünstigt dieses Verhalten. Die Partikel agglomerieren zu „Trauben“ höherer Dichte mit Poren innerhalb des Agglomerats, getrennt durch große Poren zwischen den einzelnen Agglomeraten [54] (siehe Abbildung 2.13(b)). Mit steigender Anzahl kleiner Partikel steigt die Anzahl der Agglomerate und die effektive Gesamtdichte wird verringert. Abbildung 2.13(b) zeigt den Verlauf der Packungsdichte mit steigender Anzahl von Partikeln in einem Agglomerat. Das Minimum der Dichte liegt bei $x = 0,37$ [55].

Poren können aber nicht nur zwischen Partikeln und Agglomeraten entstehen, sondern

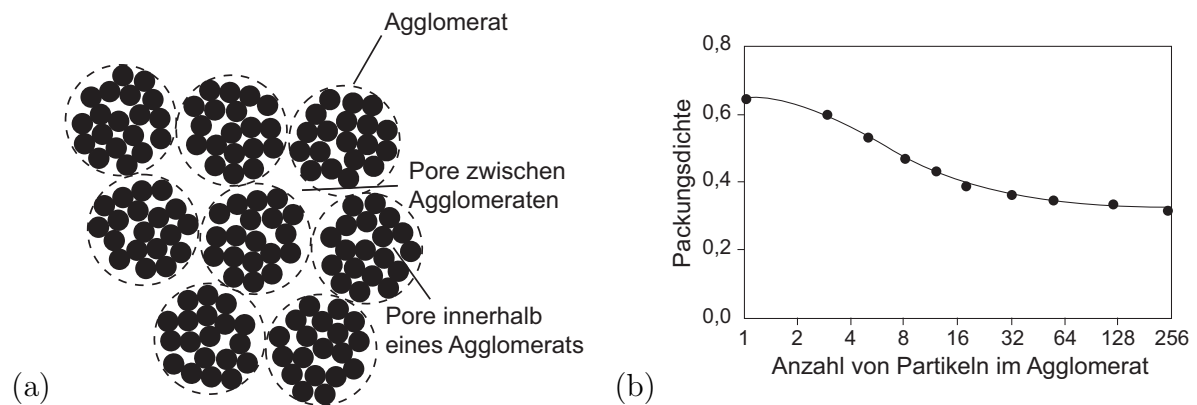


Abb. 2.13: (a) Schematische Darstellung der Porenbildung innerhalb und zwischen Partikelagglomeraten;
 (b) Änderung der Dichte eines Agglomerats mit steigender Partikelzahl

sich auch innerhalb von Partikeln oder an der Partikeloberfläche befinden. Abbildung 2.14 zeigt zwei Beispiele von Partikelporen. In Abbildung 2.14(a) ist eine Pore innerhalb eines FeCoV-Partikels zu sehen, während Abbildung 2.14(b) Poren an der Partikeloberfläche vom Fe-Material ASC100.29 zeigt. Diese Porositäten verringern die Dichte eines Gemisches und sind in den mathematischen Modellen zur Packungsdichte nicht erfasst. Sie können nur durch einen empirischen Korrekturfaktor ausgeglichen werden.

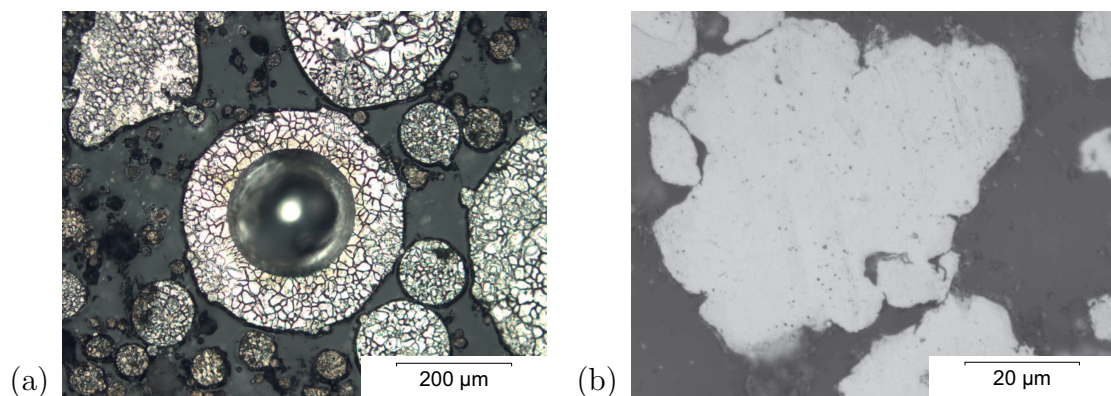


Abb. 2.14: (a) Pore innerhalb eines FeCoV-Partikels;
 (b) Poren an der Partikeloberfläche eines Fe-Partikels (ASC100.29)

Weiterhin zu beachten ist, dass weichmagnetische Partikel nur im Fall von gasverdünsten Materialien (FeSi6.8 und FeCoV, Abbildung 3.2 auf Seite 32, beziehungsweise 3.3 auf Seite 32) eine sphärische Form besitzen. Weicht die Partikelform von der einer Kugel ab, wird die Packungsdichte verändert. Für die Partikelformen von ASC100.29 kann als maximale

Packungsdichte einer unimodalen Mischung nur die Näherung $0,3 \leq x \leq 0,63$ angegeben werden und für das quaderförmige $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{13,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ $x \approx 0,5$ [54]. Die Abhängigkeit der Packungsdichte einer statistisch gepackten unimodalen Pulvermischung von der Abweichung der sphärischen Form der Partikel ist in Abbildung 2.15 dargestellt. Zu sehen ist, dass mit zunehmend irregulärer Form der Partikel die Dichte der Packung von ca. 0,63 bis auf 0,4 und weiter abnimmt.

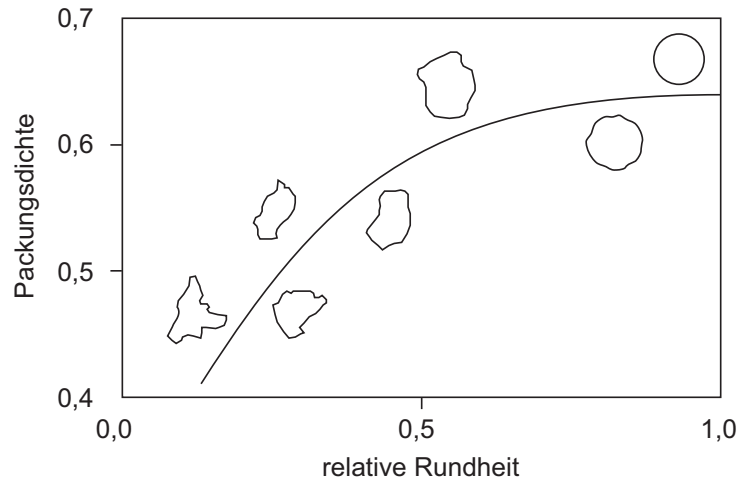


Abb. 2.15: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Packungsdichte einer unimodalen Partikelmischung von der „Rundheit“ der Partikel [56]

2.9 Einfluss von Anisotropie und Textur

Jedes aus Kristallen aufgebaute weichmagnetische Material besitzt eine so genannte magnetisch leichte, mittlere und harte Richtung, in denen sich das Material jeweils leicht, mittelschwer oder schwer magnetisieren lässt. Mischwerte dieser Richtungen sind ebenfalls möglich. Dies bedeutet, dass die Sättigungspolarisation J_s in magnetisch leichter Richtung bei geringerer magnetischer Feldstärke erreicht ist, als in magnetisch harter Richtung. Auf die physikalischen Hintergründe soll hier nicht weiter eingegangen werden.

Die Richtungen sind durch die Millerschen Indizes gegeben und geben eine eindeutige Bezeichnung von Richtungen und Ebenen im Gitterstrukturen. Die verschiedenen magnetischen Richtungen für α -Eisen (kubisch-raumzentriert), Nickel (kubisch-flächenzentriert) und Kobalt (hexagonal) sind in Tabelle 2.1 aufgelistet.

Tab. 2.1: Magnetische Richtungen ferromagnetischer Materialien

Material	leicht	mittel	hart
α -Eisen (krz)	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$
Nickel (kfz)	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$
Kobalt (hex)	$\langle 0001 \rangle$	—	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$

Um Ummagnetisierungsverluste zu vermindern kann in Elektroblechen eine Textur eingebracht werden. Ein Beispiel ist die Goss-Textur. Hier zeigt die magnetisch leichte Richtung, eine Würfelkante, in Walzrichtung und eine Flächendiagonale des Würfels zeigt in Querrichtung. Dies ist schematisch in Abb. 2.16 dargestellt.

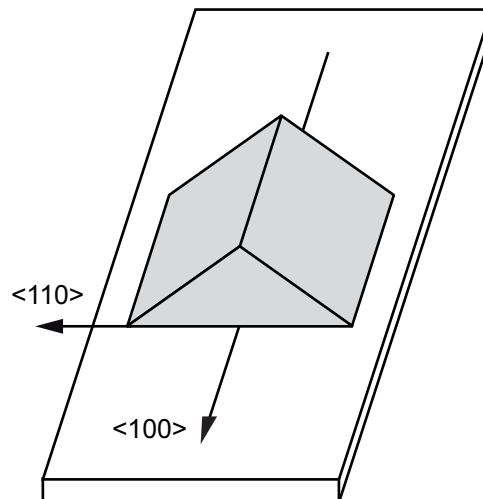


Abb. 2.16: Schematische Darstellung der Kristalllage in Elektroblechen mit Goss-Textur

Auch weichmagnetische Partikel verfügen über eine magnetisch leichte Richtung, die einen Mittelwert aller leichten Richtungen der Kristallite im Partikel darstellt. Somit ist es möglich die Partikel während oder nach dem Spritzgussprozess auszurichten und so die magnetischen Eigenschaften der PBSMCs zu verändern.

3 Experimentelles

3.1 Materialien

3.1.1 Polymere und Additive

Als Matrixwerkstoff wurde Polypropylen (Moplen EP540N¹) wegen seiner einfachen Materialstruktur sowie seines Einsatzes als preiswerter Massenkunststoff und der somit gegebenen Praxisnähe gewählt. Die Schmelztemperatur wurde mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC 204 F1 Phoenix²) zu 163°C bestimmt. Die für die im Rahmen der Arbeit durchgeführten Experimente relevanten, materialspezifischen Daten sind in Tabelle 3.1 aufgeführt.

Tab. 3.1: Relevante Eigenschaften von Polypropylen aus [57]

Eigenschaft	Wert
Schmelzflussindex (ISO 1133)	12g/10min
Vicat Erweichungstemperatur	151°C
Dichte (23°C)	0,9g/cm ³

Als weiteres Material wurde ein hochviskoses Wachs (Sasolwax 7583 inaktiv³) eingesetzt. Produktspezifische Daten können Tabelle 3.2 entnommen werden.

Die dem PP zugefügten Additive mit ihren Anteilen sind in Tabelle 3.3 aufgelistet. Additive in Polymeren übernehmen verschiedene Aufgaben [4, 5]. Sie verhindern den thermooxidativen Abbau in der Schmelze, tragen zur Langzeitstabilisierung bei, verhindern

¹Basell Polyolefine GmbH, Wesseling, Deutschland

²Netzsch-Gerätebau GmbH, Selb, Deutschland

³Sasol Wax GmbH, Hamburg, Deutschland

3 Experimentelles

eine Zersetzung des Polymers durch Metallionen der Füllstoffe oder dienen als Gleit-, Slip- und Trennmittel.

Tab. 3.2: Relevante Eigenschaften von Sasolwax 7583 inaktiv aus [58]

Eigenschaft	Wert
Erstarrungspunkt	70 – 80°C
Viskosität (100°C)	100°C – 130 $mPa \cdot s$
Dichte (20°C)	0,89g/cm ³ (eigene Messung)
Dichte (100°C)	0,76g/cm ³

Tab. 3.3: Verwendete Additive und deren Anteil in der Polymermischung aus [59]

Handelsname	Chemische Bezeichnung	Art	Anteil
Sandostab P-EPQ ⁴	Aryl-Diphosponite	Stabilisator	0,1-gew.%
Hostanox O10 ⁴	Pentaerythryl-tetrakis 3-(3,5-di-tert.-butyl-4-hydroxy-phenyl) propionat	Antioxidans	0,5-gew.%
Hostanox SE 4 ⁴	3,3-thio-di (propionsäurestearylester)	Costabilisator	0,5-gew.%
Hostanox OSP1 ⁴	Phosphortrichlorid + Triobis (t-butylmethylphenol)	Metall-desaktivator	0,3-gew.%
Licowax OP ⁴	Ester der Montansäuren	Gleitmittel	1,0-gew.%
Dehydat 8312 ⁵	Molekulardestilliertes high-mono Glycerin-Monoester-Stearat	Oberflächen-aktivator	0,5-gew.%

3.1.2 Weichmagnetische Füllstoffe

Tabelle 3.4 listet die benutzten weichmagnetischen Füllmaterialien auf. Die Angaben der Permeabilität und Koerzitivfeldstärke hängen stark von der thermischen Behandlung, Unreinheiten, dem Gefügestand und der Partikelgrößenverteilung, beziehungsweise Korngrößen, ab und sollten somit nur als Richtwerte betrachtet werden.

⁴Clariant Verwaltungsgesellschaft mbH, Frankfurt am Main, Deutschland

⁵Cognis GmbH, Düsseldorf, Deutschland

Tab. 3.4: Ausgewählte Eigenschaften der verwendeten weichmagnetischen Materialien mit J_s für Sättigungspolarisation, ρ für den spezifischen elektrischen Widerstand und \bar{d} für den mittleren Partikeldurchmesser. Wenn nichts anderes angegeben wird, dann sind die Angaben für J_s , ρ und Dichte aus [1]

Name	ASC100.29	ASC300	FeSi6.8	Finemet	FeCoV
Hersteller	Höganäs ⁶	Höganäs ⁶	Höganäs ⁶	Arcelor ⁷	Sanyo ⁸
Zusammen- setzung	Fe 99,929% C 0,001% O 0,07% [60]	Fe 99,897% S 0,013% O 0,09% [61]	Fe 93,174% Si 6,8% O 0,01% N 0,01% C 0,006% [62]	Fe 73,5% Si 13,5% B 9% Nb 3% Cu 1%	Fe 49,459% Co 49,04% V 1,42% Ni 0,04% Cr 0,03% Si 0,01% C 0,001% [63]
J_s [T]	2,158	2,158	1,775	1,24 [64]	2,3
H_c [A/m]	39,8–79,6	39,8–79,6	39,8	0,4–0,5 [64]	159,2
μ_i	1000	1000	500	100000 [64]	890 A/m
ρ [Ωm]	$9,7 \cdot 10^{-8}$	$9,7 \cdot 10^{-8}$	$8,5 \cdot 10^{-7}$	$1,35 \cdot 10^{-6}$ [65]	$2,2 \cdot 10^{-7}$
Dichte [g/cm^3]	7,874	7,874	7,475	7,26	8,21
\bar{d} [μm] (Abb. 3.4)	88	53	224	40	324 [63]
Partikelform	irregulär	irregulär	sphärisch	irregulär	sphärisch
Aspektverhältnis	1:1	1:1	1:1	2:1	1:1
Feinstruktur	kristallin	kristallin	kristallin	nanokristallin	kristallin
Abbildung	3.1(a)	3.1(b)	3.2(a)	3.2(b)	3.3

⁶Höganäs AB, Höganäs, Sweden

⁷Arcelor S.A., Luxembourg, Luxembourg

⁸Sanyo Special Steel Co., Ltd., Nakashima, Shikama-ku, Himeji-shi, Japan

3 Experimentelles

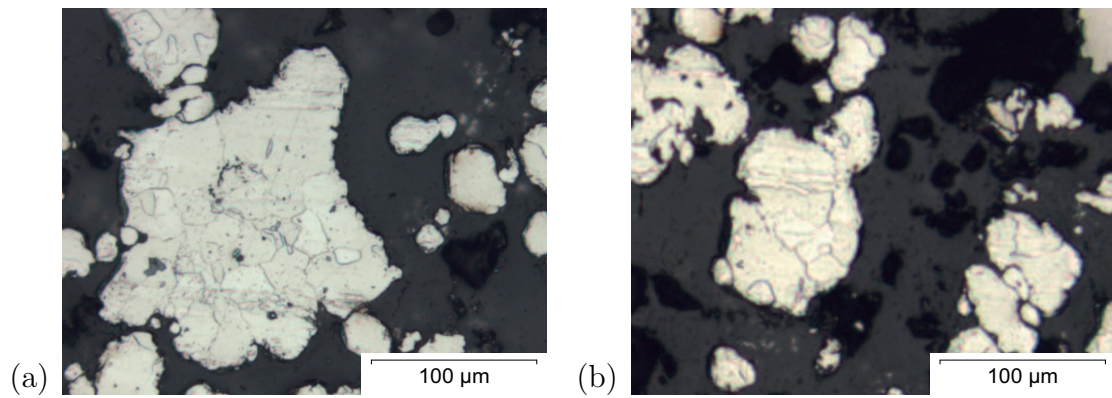


Abb. 3.1: (a) Lichtmikroskopische Aufnahme der ASC100.29-Partikel;
(b) Lichtmikroskopische Aufnahme der ASC300-Partikel

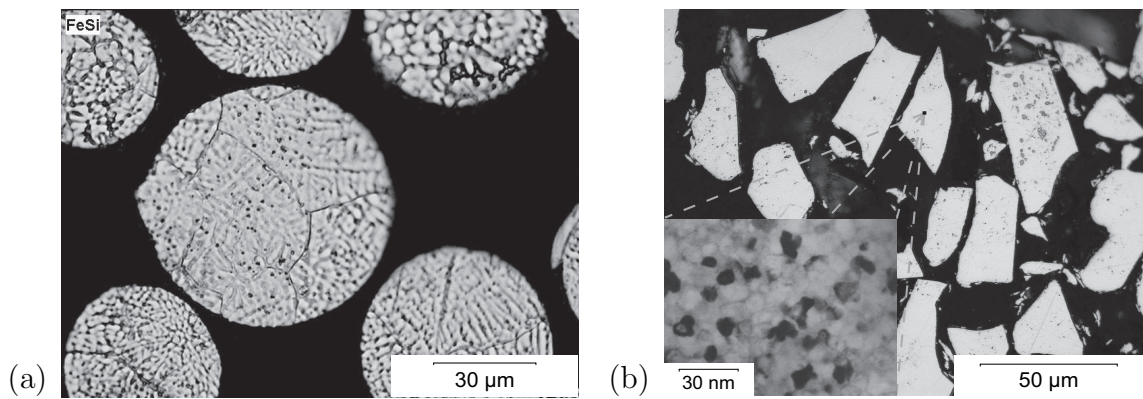


Abb. 3.2: (a) Lichtmikroskopische Aufnahme der FeSi6.8-Partikel;
(b) Lichtmikroskopische Aufnahme der $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ -Partikel mit einer TEM-Aufnahme aus [66] als Nebenbild

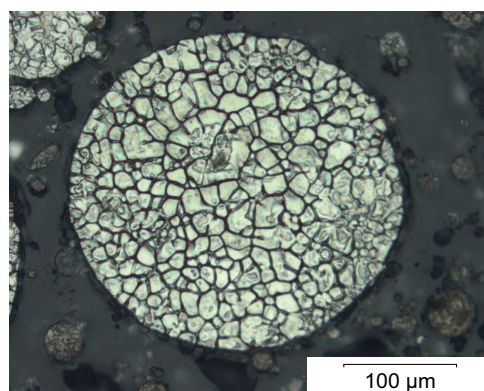


Abb. 3.3: Lichtmikroskopische Aufnahme der FeCoV-Partikel

Wie in Abbildung 3.3 zu sehen ist, befinden sich zum Beispiel in einem FeCoV-Partikel eine Vielzahl an Körnern und Korngrenzen. Die Materialien ASC100.29 und ASC300 besitzen eine ähnliche Gestalt und Zusammensetzung aber unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen. Die irreguläre Partikelgestalt beider Eisenmaterialien entsteht durch den Herstellungsvorgang der Wasserverdüsung. Die sphärische Form von FeSi6.8 und FeCoV kommt durch den Herstellungsprozess der Gasverdüsung zustande. Die Partikelform des Materials $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ entstand durch Mahlen von nanokristallinen Bändern. Ein ungefähres Aspektverhältnis von 2 : 1 (Länge zu Breite) konnte festgestellt werden. Die genaue Wärmebehandlung zum Einstellen des nanokristallinen Gefügezustandes in $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ -Materialien kann in [65] nachgelesen werden.

Die Partikelgrößenverteilungen aller Materialien sind in Abbildung 3.4 dargestellt.

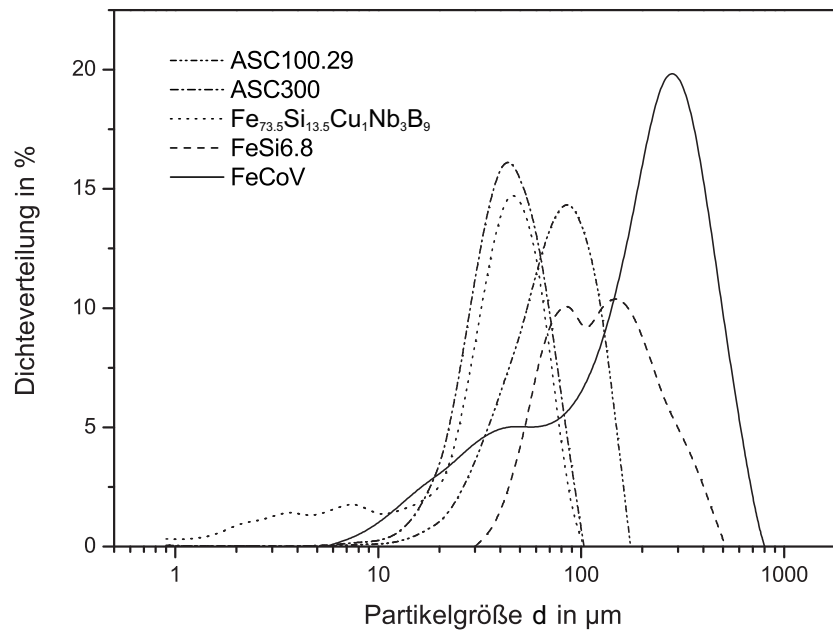


Abb. 3.4: Partikelgrößenverteilung der benutzten weichmagnetischen Materialien gemessen mit einem Laserbeugungssensor (Typ Helos⁹) und aus [63] für FeCoV

3.1.3 Probenherstellung

Zur Herstellung der Compounds wurden verschiedene Wege bestritten. Der industriell relevanteste Weg führte über die Benutzung eines Extruders (Berstorff ZE 25Ax40D–

⁹Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, Deutschland

3 Experimentelles

UTSUG¹⁰). Der Aufbau des Extruders ist in Abbildung 3.5 dargestellt.

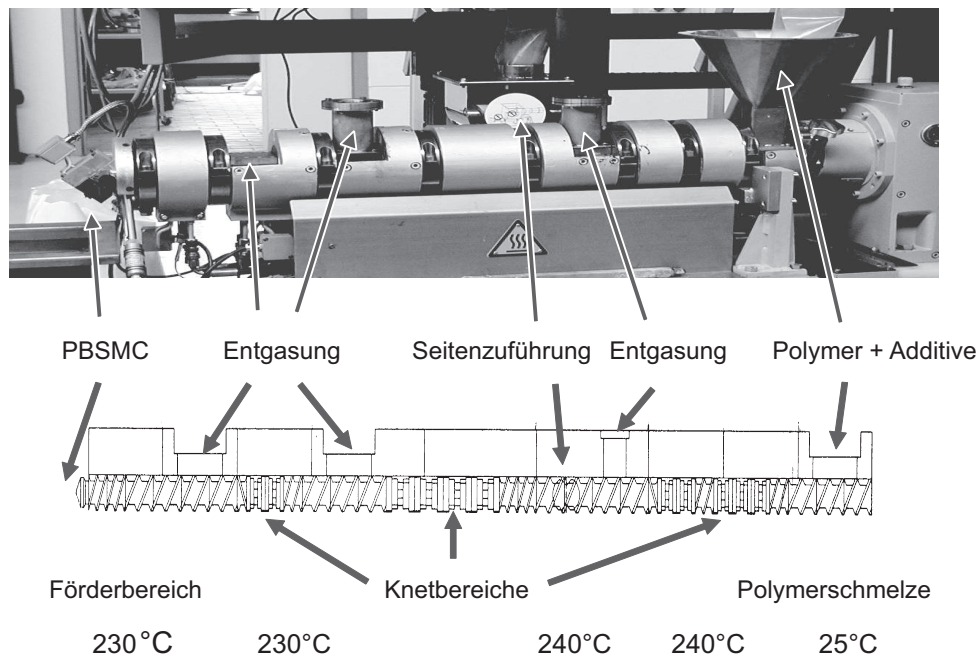


Abb. 3.5: Schematische Darstellung des Extrusionsprozesses von PBSMC

Am Einfülltrichter werden die Polymere und eventuelle Additive in den Extruder gefüllt. Diese werden durch eine externe Beheizung und Reibung zwischen Polymer und den Förder- und Knetelementen aufgeschmolzen und mittels Vakuumpumpe entgast. Durch eine Seitenzuführung werden die weichmagnetischen Partikel zugefügt. Um eine Solidifikation der Polymerschmelze zu verhindern, sollten die Metallpartikel vorgeheizt werden. Es folgen weitere Entgasungs-, Förder- und eventuelle Knetbereiche bis das Polymerschmelze-Metallpartikel-Gemisch die Ausgangsdüse erreicht, die für den nötigen Gegendruck im Förderteil sorgt.

Um mit einem Extruder Füllgrade über 70-vol.% kontinuierlich herzustellen, sollte dieser modifiziert werden. Zum Beispiel können Knetelemente in den Schnecken entfernt werden und eine Anpassung der Düse am Extruderausgang der Gegendruck im Förderteil des Extruders den jeweiligen Füllgraden angepasst werden.

Eine weitere Möglichkeit um Materialien mit hohem Füllgrad an Metallpulver zu mischen, ist der Einsatz eines Fluidmischers. Im Versuch wurden 4kg Eisenpulver mit Polypropylen

¹⁰Berstorff GmbH, Hannover, Deutschland

zu Granulat mit 85-vol.% Füllstoffanteil in einem 10l Labormischer (Typ FML 10¹¹) compoundiert. Abbildung 3.6 zeigt das Prinzip und die Wirkungsweise eines Fluidmischers. In eigenen Versuchen wurde eine Rotation von 3600 Umdrehungen pro Minute eingestellt und zusätzlich das Polymer bis kurz unter dem Schmelzpunkt aufgeheizt. Der Kunststoff erweicht und eine Verbindung mit dem Metallpulvers erfolgt.



Abb. 3.6: Fluidmischer von Reimelt–Henschel–Mischsysteme

Für die meisten Mischprozesse wurde ein Laborkneteter genutzt (Polylab Rheodrive 4 + Rheomix 600¹²). Mit diesem Kneteter ist es möglich, Material bis zu einer Menge von 48cm³ zu mischen, was ausreichend ist, um genügend Proben im Labormaßstabsmengen herzustellen. Das Gerät besteht aus einem separaten Antrieb und einem entkoppelbaren Vorsatz mit Knetelementen. Für weiterführende Anwendungen besteht die Möglichkeit, den Knetervorsatz gegen einen Extrudervorsatz bei Beibehaltung des Antriebes auszutauschen. Das Polymer wird zusammen mit dem Magnetpulver in eine Knetkammer gegeben und wie im Extruder durch eine externe Beheizung und Reibung aufgeschmolzen. Nach Beendigung des Mischprozesses wird das Materialgemisch der Knetkammer entnommen. Um das gemischte Probenmaterial in die Endform zu bringen, wurden verschiedene Werkzeuge konzipiert. Das erste Werkzeug zur Probenherstellung war ein einfaches Presswerkzeug (Abbildung 3.7), mit dem es möglich war, durch Einfüllen des Polypropylen–Metall–Granulates in die Form und dem Einsatz einer Handpresse (PW 10, Paul–Otto Weber

¹¹Reimelt Henschel Mischsysteme GmbH, Kassel, Deutschland

¹²Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Deutschland

3 Experimentelles

GmbH¹³) mit 400 MPa bei 195°C PP-Proben in Stabform mit quadratischem Querschnitt der Abmessungen $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ zu pressen. Der Druck reicht nicht aus, um die benutzten Metallpartikel zu verformen. Auf diese Weise konnten Füllgrade bis 85-vol.% erreicht werden. Da die Probenherstellung auf diese Weise sehr zeitaufwändig war und Proben mit Füllgraden $x > 60\text{-vol.\%}$ sich nur schwer aus dem Presswerkzeug entfernen ließen wurde ein zweites Werkzeug entworfen (Abbildung 3.8(a)).

Hiermit war es möglich über eine beheizte Düse (siehe Abbildung 3.8(b)) mit Benutzung der bereits erwähnten Handpresse das flüssige Polymer-Metall-Gemisch in das beheizbare Werkzeug zu pressen. Diese Konstruktion ist am Prinzip einer Kolbenspritzgießmaschine angelehnt und somit wesentlich praxisbezogener als ein Presswerkzeug. Füllgrade von 70-vol.% konnten über dieses einfache Spritzgießwerkzeug realisiert werden. Die Probenabmessungen betrugen bei runder Querschnittsfläche 4 mm Durchmesser und 120 mm Länge. Mittels eines Stempels konnten auch hier Proben über das „Compression-Molding-Verfahren“ hergestellt werden.

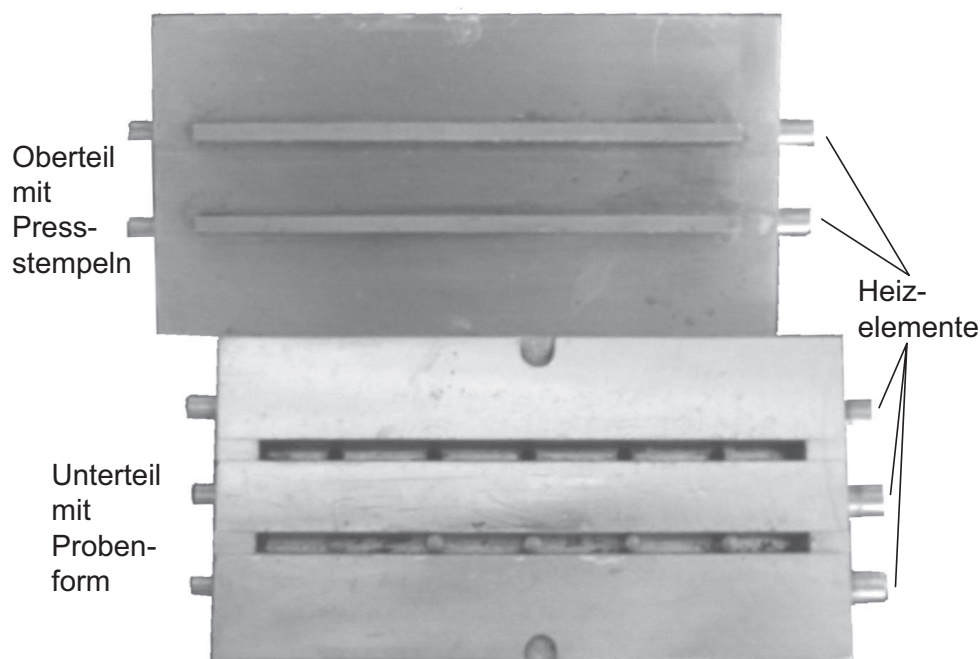
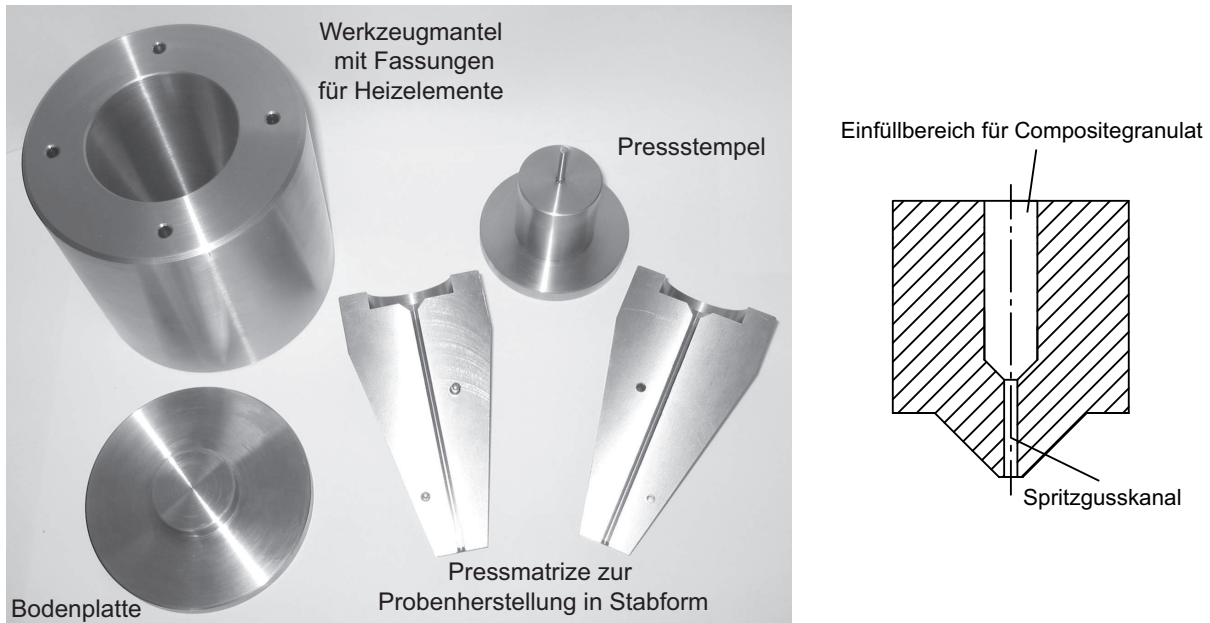


Abb. 3.7: Prototyp des Presswerkzeuges zur Herstellung von Proben mit den Maßen $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 100\text{ mm}$

¹³Paul-Otto Weber GmbH, Maschinen- und Apparatebau, Remshalden, Deutschland



(a)

(b)

Abb. 3.8: (a) Werkzeug zur Herstellung der Proben in Zylinderform mit den Maßen $\varnothing 4\text{mm} \times \text{Länge } 120\text{mm}$;

(b) Querschnitt der entworfenen Düse für das Werkzeug aus Abbildung 3.7(a)

Zu einem späteren Zeitpunkt dieser Arbeit wurde PP durch Sasolwax 7583 ersetzt. Dieses Wachs wird keinerlei Einsatz im praktischen Bereich finden, die Herstellung im Labormaßstab wurde allerdings wesentlich vereinfacht. Die Materialgemische wurden in einen Glaskolben der Abmessungen $6,1\text{mm}$ (Innendurchmesser) $\times 120\text{mm}$ eingepresst. Aufgrund der niedrigen Schmelztemperatur konnte dies per Hand in einem Wasserbad realisiert werden. Durch permanentes Nachpressen während des Abkühlens wurde verhindert, dass Vakuolen entstehen. Diese Art der Probenanfertigung sollte anfangs nur für eine Versuchsreihe benutzt werden, die sich mit dem Ausrichten von Partikeln in einem uniaxialen Magnetfeld (genauere Beschreibung siehe Kapitel 3.1.3, Seite 38) beschäftigte. In diesem Fall wurden die Probenkörper hergestellt und die magnetischen Eigenschaften gemessen. Anschließend wurden die gleichen Proben im Wasserbad bis zum Aufschmelzen des Wachses erhitzt und anschließend in einem Magnetfeld in Richtung der Längsachse der Probenkörper erstarrt. Die Grundidee hinter diesem Experiment ist die Anwendung einer Magnetisiereinheit an einem Spritzgießwerkzeug während des Spritzgussprozesses

3 Experimentelles

um die magnetischen Eigenschaften der PBSMC gezielt zu beeinflussen. Da weder eine eigene Spritzgießmaschine, noch die finanziellen Mittel zur Verfügung standen, wurde die oben genannte, einfache Lösung angewandt.

Da in Elektroblechen teilweise die Körner zur Verbesserung der magnetischen Eigenschaften orientiert werden, liegt die Vermutung nahe, dass sich mit ausgerichteten Partikeln im PBSMC ebenfalls eine Optimierung einstellt (schematisch in Abb. 3.9). Die Versuche wurden mit sphärischen FeCoV-Partikeln, eingebettet in einer Matrix aus Sasolwax 7583, bei Füllgraden von 10-vol.% bis 80-vol.% durchgeführt. FeCoV wurde ausgewählt da sie eine sphärische Partikelform besitzen und somit leichter in der Matrix zu orientieren sind als irregulär geformte Partikel. Die Kristallstruktur von FeCoV ist kubisch-flächenzentriert mit der magnetisch leichten Achse in $\langle 100 \rangle$ -Richtung [1]. Die gemischten, unausgerichteten, Materialien wurden in Glasröhrchen mit den Innenabmessungen $d = 6,1mm$ Durchmesser und $l = 120mm$ Länge verpresst und anschließend in der Messapparatur vermessen. Darauf folgend wurden die Proben bis kurz über den Schmelzpunkt des Wachses erhitzt und in einem uniaxialen Magnetfeld von $H = 125kA/m$ erstarrt.

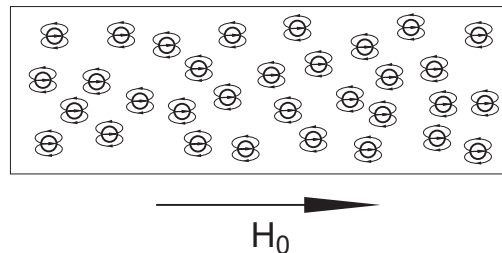


Abb. 3.9: Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit ideal ausgerichteten Partikeln

3.2 Messsystem

Der Aufbau des Messsystems ist ähnlich dem, wie es bereits von Ramin und Riehemann [67], Weidenfeller [16] und Pott-Langemeyer [68] beschrieben wurde. Die Unterschiede des für diese Arbeit benutzten Systems liegen in dem veränderten Analog-Digital-Wandler (die maximale Abtastfrequenz liegt bei $2MHz$ anstatt bei $500kHz$ und Verringerung der höchst möglich messbaren Signalstärke von $5V$ auf $1V$). In dem Hysteresemess-

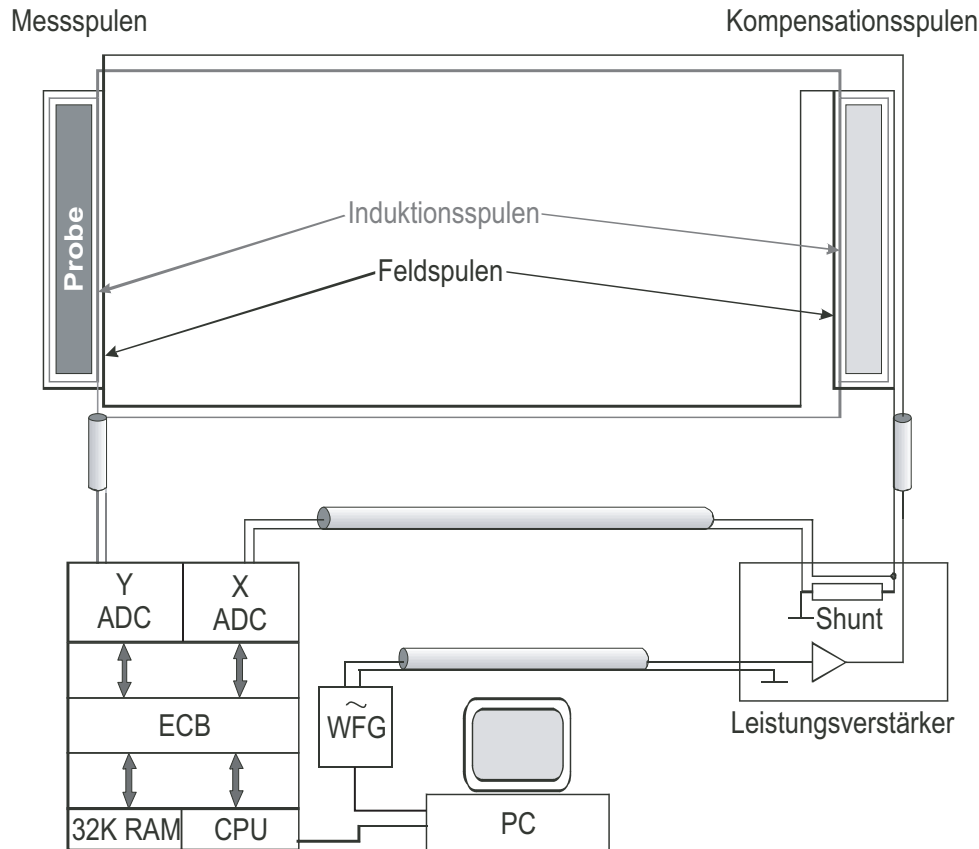


Abb. 3.10: Schematische Darstellung des Hysteresemesssystems

system können bei jeweiliger Anpassung der Spulenpaare an die vorgegebenen Dimensionen Proben unterschiedlicher Abmessungen gemessen werden. Das zu messende Probenmaterial wird in einem Spulensystem positioniert, welches aus einer Aufnehmerspule (Induktionsspule) und einer Feldspule besteht. Ein gleichartiges Kompensationsspulensystem ist dem Probenspulensystem antiparallel zugeschaltet. Auf diese Weise wird der Vakuumanteil $\mu_0 H$ in der magnetischen Induktion automatisch kompensiert und direkt die magnetische Polarisation J gemessen. Ein programmierbarer Frequenzgenerator (Agilent 33120A¹⁴) kann beliebige Wellenformen unterschiedlicher Amplituden und Frequenzen bis 15 MHz generieren, die von einem linear verstärkenden und programmierbaren Leistungsverstärker (DCP 260/60¹⁵) als Stromsignal dem Spulensystem zugeführt werden. Der Leistungsverstärker kann einen Strom bis zu $I = 5\text{ A}$ liefern. Das Induktionssignal der

¹⁴Agilent Technologies Deutschland GmbH, Böblingen, Deutschland

¹⁵Servowatt Renz Elektronik GmbH, Gerlingen, Deutschland

3 Experimentelles

Aufnehmerspule wird zusammen mit dem über einen Messwiderstand ($0,212\Omega$) abgegriffenen Stromsignal der Feldspulen jeweils dem Analog–Digital–Wandler (ADC) zugeführt und im RAM zwischengespeichert. Die ADC digitalisieren zeitaufgelöst die Messsignale und sind über einen EC–Bus mit einem auf Z80–Basis arbeitenden Prozessor versehen, der autark arbeitet. Über eine serielle Schnittstelle (RS232) mit einem externen Steuer- und Auswerterechner kommuniziert das Hysteresemesssystem¹⁶ mit dem angeschlossenen Computer mit installierter Auswertesoftware. Mit geeignet bestückten Programmierplatinen des Leistungsverstärkers werden die Formen und der Grad der Verstärkung der Induktionssignale geregelt. Mit einem Personal Computer wird sowohl der Frequenzgenerator (via GPIB) als auch der Z80–Prozessor zur Messung angesteuert und nach Abschluss der Messungen werden die Daten vom PC übernommen, der mit einer vom Autor neu programmierten Software die magnetischen Kennwerte ermittelt und auswertet. Abbildung 3.10 zeigt eine Prinzipzeichnung des aufgebauten Messsystems.

Die programmierte Software ist in der Lage einzelne Messungen und auch automatisierte Messreihen durchzuführen. Um Verluste über die Frequenz zu bestimmen war es notwendig einen Suchalgorithmus zu implementieren, der die Amplitude am Frequenzgenerator automatisch anpasst um die gewünschte Polarisierung bei jeder Frequenz in kurzer Zeit zu erreichen. Benutzt wurde diese Automatik für die Messung der Verluste in Abhängigkeit der Frequenz bei konstanter Polarisierung. Eine weitere automatisierte Messreihe nahm sämtliche Werte mit steigendem magnetischem Feld auf um die Neukurve eines Materials (das heißt, das angelegte magnetische Feld wird systematisch mit jeder Messung von $H \rightarrow 0\text{ A/m}$ bis zum maximal möglichen Feld erhöht) und die Permeabilität gegen das magnetische Feld aufzutragen. Weitere Kombinationen zur Auswertung der Messwerte sind ebenfalls möglich. Alle Ergebnisse einer Messung oder von Messreihen konnten Dank der Programmierung in moderne Tabellenkalkulationssoftware übertragen und weiter verarbeitet werden.

Da Messungen an verschiedenen Materialien mit veränderlichen Anteilen an magnetischen Partikeln, variierenden Formen und in verschiedenen Frequenzbereichen untersucht werden sollten, mussten Spulen verschiedener Windungszahlen und für verschiedene Pro-

¹⁶Dr. Dirkes Electronic GmbH, Telgte, Deutschland

bendurchmesser hergestellt werden. Um die Zahl der zu benutzenden Spulen zu reduzieren wurde für Stabproben mit einem Durchmesser $d \leq 5mm$ ein Spulensystem aufgebaut, das aus Feld- und Induktionsspulen besteht, die voneinander trennbar sind. Für Messungen an Proben mit $5mm < d < 10mm$ wurden nicht austauschbare Spulenpaare verwendet. Die verschiedenen Spulenpaare und möglichen Kombinationen sind in Tabelle 3.5 aufgeführt. Die Spulenkörper für Proben mit einem Durchmesser $d \leq 5mm$ wurden aus Keramik mit verpressten und verklebten Abschlussplatten aus Messing hergestellt. Für Probenkörper bis 10mm Durchmesser wurden Spulenkörper aus PTFE (Poly-Tetra-Flour-Ethylen) hergestellt. Die Drahtdurchmesser aller Spulen betrugen für Sekundärwindungen (Induktionsspulen) 0,2mm und für Primärwindungen (Feldspulen) 1mm.

Die angefertigten Spulen wurden mit einer Eisen-Kobalt-Legierung (Vacoflux 50¹⁷) mit Sättigungspolarisation $J_s = 2,35T$ und Maximalpermeabilität $\mu_{max} = 4500$ kalibriert [69].

Tab. 3.5: Angefertigte Spulenpaare und -kombinationen

	Feldspulen (Windungsdichte)	Induktionsspulen (Windungen)
Kombinationsspulen	$10985m^{-1} / 13320m^{-1}$	105 / 405 / 805 / 1615
Festspulen	$13636m^{-1}$	1800
	$10950m^{-1}$	1800

3.3 Magnetische Messungen

Um die weichmagnetischen Eigenschaften der Probenmaterialien zu charakterisieren wurden verschiedene Messungen durchgeführt. Verlustmessungen wurden in der Regel von 0,1Hz aufsteigend bis 100Hz durchgeführt. Je nach Material und zu messende Werte wurde dies allerdings variiert. Die statischen Verluste P_h wurden durch Extrapolation der Gesamtverluste gegen die Ummagnetisierungsfrequenz $f = 0Hz$ bestimmt. Wirbelstromverluste wurden nach Gl. 2.6 bestimmt und die anomalen Verluste aus der Differenz

¹⁷Vacuumschmelze GmbH & Co. KG, Hanau, Deutschland

3 Experimentelles

der gemessenen, statischen (bzw. gegen Frequenz $f = 0$ interpolierten) und gesamten Wirbelstromverlustleistung.

Die Polarisation variiert bei verschiedenen Materialien und, wie bereits im theoretischen Teil auf Seite 14 in Formel 2.26 gezeigt, fällt die Sättigungspolarisation mit Verringerung des Anteils an weichmagnetischem Material in der zu vermessenden Probe linear ab. Zum Vergleich der frequenzunabhängigen Ummagnetisierungsverluste bei einer festen Polarisation musste zuerst die maximal mögliche Polarisation am geringsten Füllgrad gemessen werden, überprüft werden bis zu welcher Ummagnetisierungsfrequenz eine Messung bei der jeweiligen Polarisation und für alle Materialien möglich ist. Für Messungen der Per-

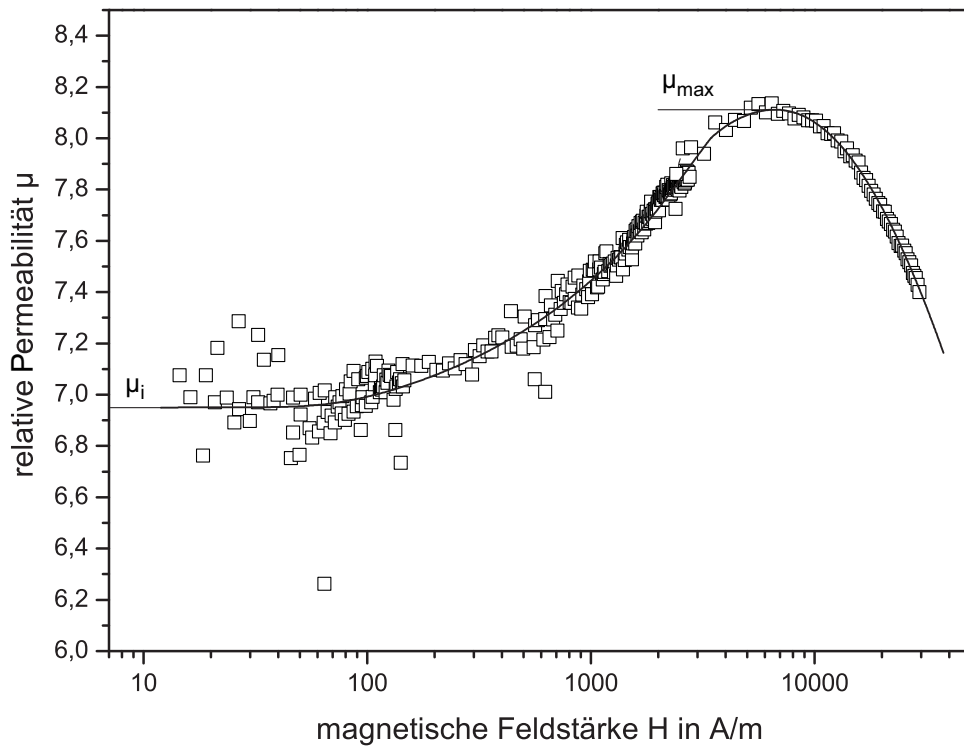


Abb. 3.11: Beispiel einer Permeabilitätsmessung an Sasolwax 7583 + 40-vol.% FeCoV (unorientiert)

meabilität wurde die Neukurve des entsprechenden Materials bei 100 Hz aufgenommen und aus dem jeweiligen Verhältnis der Polarisation zum angelegten Magnetfeld die Permeabilität bestimmt. Eine Beispielmessung, exemplarisch für alle vermessenen Materialien ist in Abb. 3.11 dargestellt. Weitere Daten sind ebenfalls aus dieser Messung entnehmbar. So lässt sich zum Beispiel sehr einfach die Feldstärke $H_{\mu_{\max}}$ und Polarisation $J_{\mu_{\max}}$ bei

der Maximalpermeabilität bestimmen.

Die Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors erfolgte in mehreren Schritten. Als erstes wurde der geometrische (äußere) Entmagnetisierungsfaktor N_a aus Tabellen, die in [1, 25, 28] zu finden sind, entnommen und mit Messwerten von Vollkörpern verglichen. Die magnetischen Messungen am PBSMC wurden ohne Korrektur des Entmagnetisierungsfaktors vorgenommen. Nachfolgend wurde mittels eines Datenanalysesystems der Entmagnetisierungsfaktor bestimmt bei dem keine Scherung in der Hystereseurve für geringe Polarisation mehr vorhanden ist. Der so erhaltene Wert des Entmagnetisierungsfaktors wurde ab einem Füllgrad $x \geq 0,4$ (über der magnetischen Perkolationschwelle) um den Wert des geometrischen Entmagnetisierungsfaktor nach Mattei (siehe 2.9 aus [39]) reduziert und durch Multiplikation mit dem Füllgrad x auf den Anteil des weichmagnetischen Materials im Gesamtkörper bezogen. Die drei Schritte sind mit den Hysteresekurven in Abb. 3.12 dargestellt.

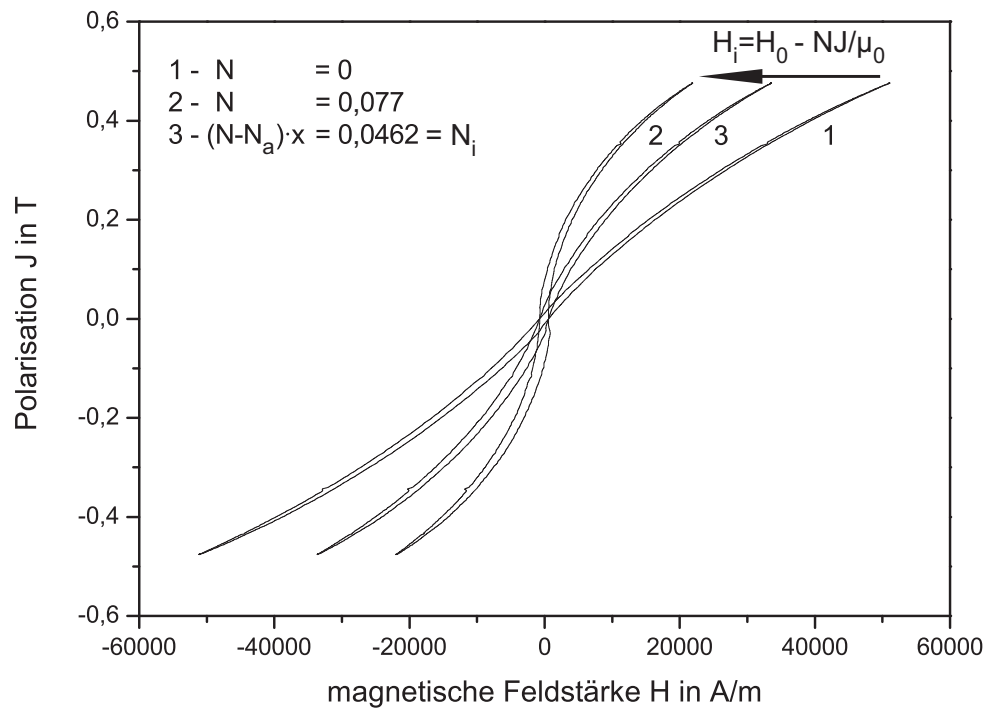


Abb. 3.12: Beispiel zur Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors an PP + 60-vol.% Fe ($\bar{d} = 88\mu m$)

Eine Frage ist, ob die Hystereseurve im Fall von weichmagnetisch gefüllten Polymeren um den inneren Entmagnetisierungsfaktor korrigiert werden sollte oder nicht. Einerseits

3 Experimentelles

ist das wirklich vorhandene magnetische Feld im inneren eines weichmagnetischen Composites geringer als das angelegte Feld. Will man die gemessenen Werte mit dem real im Inneren vorhandenen Feld in Verbindung bringen, muss die Hysteresekurve um diesen Faktor korrigiert werden.

Andererseits kann dieses Materialverhalten nicht umgangen werden, wie im Fall vom äußeren Entmagnetisierungsfeld durch Änderung der makroskopischen Gestalt. Das angelegte Feld in jedem Fall verringert.

In dieser Arbeit wurde für die Darstellung der Permeabilität nur um den äußeren Entmagnetisierungsfaktor korrigiert. Für Messungen, bei denen die Änderung der magnetischen Eigenschaften unabhängig vom inneren Entmagnetisierungsfaktor betrachtet werden sollten, wurden die experimentellen Werte um den inneren und äußeren Entmagnetisierungsfaktor korrigiert.

4 Ergebnisse

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

4.1.1 Verluste

Abbildungen 4.1(a) und 4.1(b) zeigen gemessene Verluste für PP gefüllt mit FeSi-Partikeln und für PP gefüllt mit Eisenpartikeln (ASC100.29, $\bar{d} = 88\mu m$). Eine Abnahme der Verluste mit steigendem Füllgrad kann beobachtet werden. Dies liegt daran, dass im Allgemeinen ein PBSMC als Gesamtkörper betrachtet wird und nicht die gemessenen Eigenschaften nur auf den Anteil weichmagnetischen Materials bezogen werden. Weiterhin zu sehen ist, dass mit steigender Frequenz f die Verluste zunehmen.

Ebenfalls zu sehen ist, dass für Fe-PP-PBSMCs mit Füllgraden $x \leq 50\text{-vol.}\%$ ein starker Anstieg der Gesamtverluste ab ca. $50Hz$ statt findet. Da die statischen Verluste als frequenzunabhängig angenommen werden und die Wirbelstromverluste exakt berechenbar sind und durch den erhöhten Widerstand in Compositen bei geringen Füllgraden niedriger sind als in höher gefüllten Materialien, lässt sich schlussfolgern, dass der Anstieg der Gesamtverluste auf einem Anstieg der anomalen Verluste beruht.

Die Werte der Anomalitätsfaktoren η für FeSi- und Fe-Composite in Abbildung 4.2(a) und 4.2(b) können mit den geringen Wirbelstromverlusten erklärt werden, die einen Vorteil in PBSMCs darstellen. Die nicht berechenbaren anomalen Verluste stellen demzufolge einen großen Anteil an den Gesamtverlusten dar [70]. Auch kann gesehen werden, dass η mit steigender Ummagnetisierungsfrequenz nach der Funktion $\eta = \eta_0 \left(\frac{f}{f_0}\right)^y$ verringert wird. Der Exponentialfaktor y verringert sich für PP-FeSi-Composite mit steigendem Füllgrad

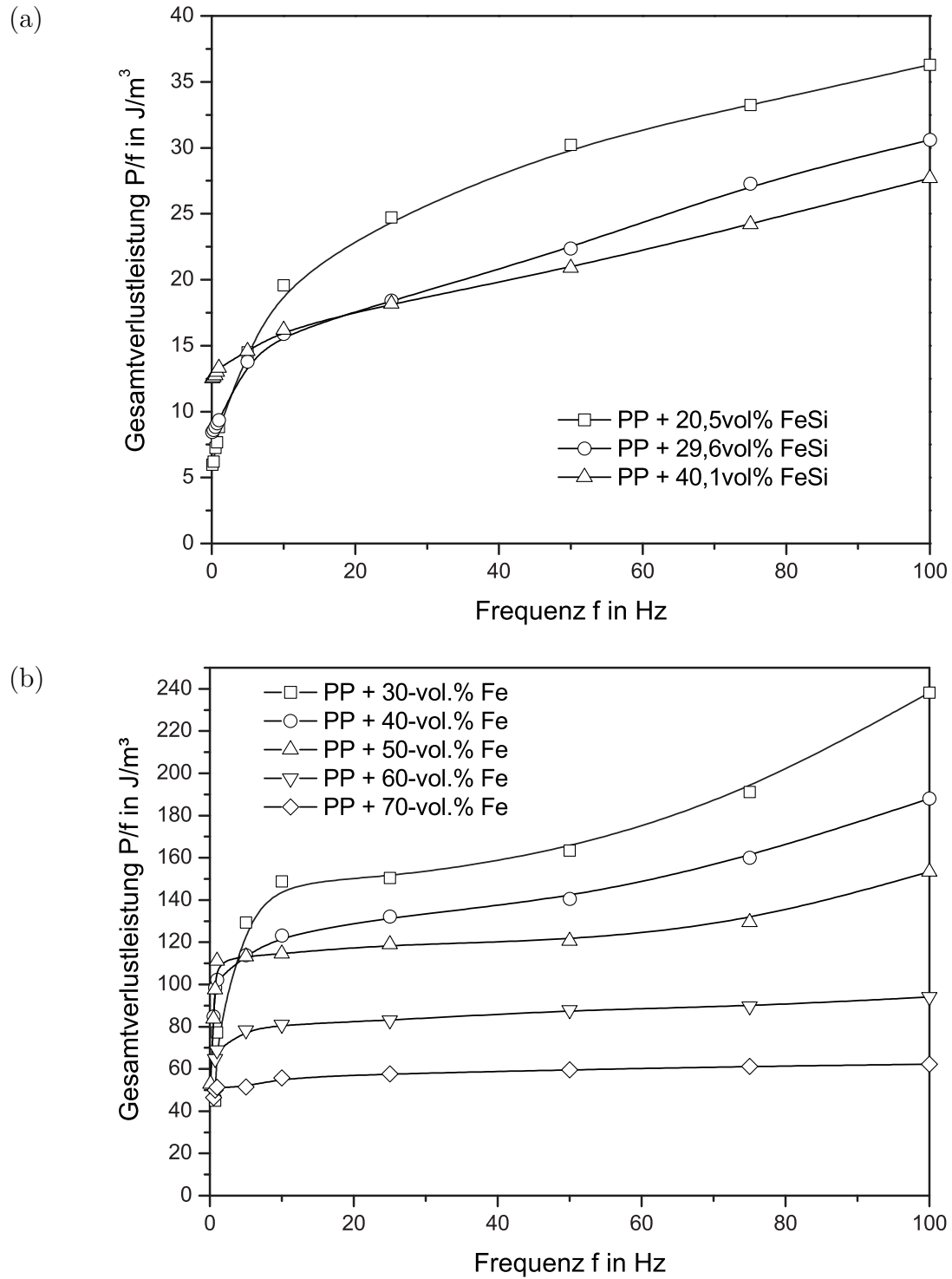


Abb. 4.1: (a) Gesamtverluste P in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$ [70];
 (b) Gesamtverluste P in PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu\text{m}$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,15T$

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

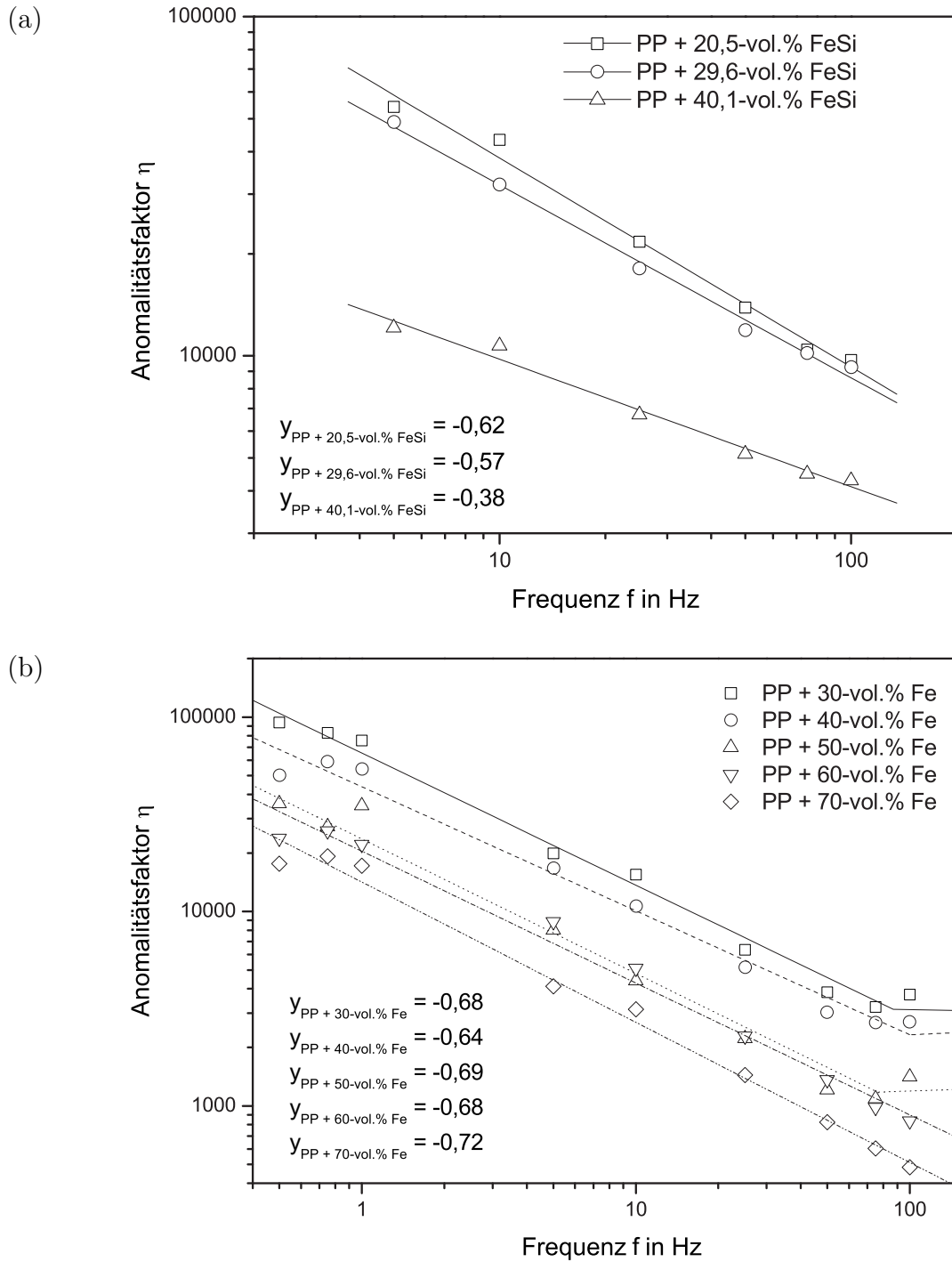


Abb. 4.2: (a) Anomaliätsfaktor η mit exponentiellem Faktor y in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$ [70]; (b) Anomaliätsfaktor η mit exponentiellem Faktor y in PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,15T$

von $y = -0,62$ (20,5-vol.% FeSi) und $y = -0,57$ (29,6-vol.% FeSi) zu $y = -0,38$ (40,1-vol.% FeSi). Ein Exponentialfaktor von $y = -0,5$ kann für starre Blochwandbewegung erwartet werden [20] oder höhere Werte von $y = -0,655$ für Domänenwandbiegungen [71–73]. Für PP–Fe–Composite lässt sich eine Abhängigkeit des Anomalitätsfaktors vom Füllgrad nicht feststellen. Die Werte liegen durchschnittlich bei $y = -0,682$.

Weiterhin ist zu sehen, dass die Anomalitätsfaktoren für Fe–PBSMCs mit 30-vol.%, 40-vol.% und 50-vol.% Fe ab einer Frequenz $f \geq 50\text{Hz}$ wieder ansteigen. Wie bereits aus Abb. 4.2(b) geschlussfolgert wurde ist dies auf eine Erhöhung der anomalen Verluste zurückzuführen.

Die Gründe, dass dies für FeSi–PBSMCs nicht, oder nur in vermindertem Maß auftritt könnten durch verschiedene Faktoren hervorgerufen werden. Das benutzte Eisenpulver besitzt eine geringere mittlere Partikelgröße, was wiederum in höheren anomalen Verlusten resultiert. Auch kann die Partikelform (vgl. Abb. 3.1(a) und 3.2(a)) einen gewissen Einfluss auf die magnetischen Kennwerte im Partikel haben, zum Beispiel aber auch einen Einfluss auf die Grenzflächen der PP–Partikel besitzen und somit auf den Gesamtwiderstand des Composites.

Wenn man betrachtet, dass in Compositen eine relativ große Anzahl von weichmagnetischen Metallpartikeln vorhanden sind, dann ist die Anzahl der ermittelten effektiv beweglichen Domänenwände n_{eff} für die gemessenen PBSMC sehr klein (Abb. 4.3(a) und 4.3(b)), die aber drastisch ansteigt wenn ein füllgrad- und füllstoffabhängiges Überschussfeld H_{exc} erreicht ist. Es ist deutlich zu sehen, dass mit steigendem Füllgrad die Domänenwände schon bei einem kleineren Überschussfeld aktiviert werden, was auf eine leichtere, verlustfrei, Ummagnetisierung hinweist.

Vergleicht man die verschiedenen Füllmaterialien untereinander, ist zu erkennen dass die Domänenwände in FeSi–PBSMCs gleichen Füllgrads bei einem geringeren Überschussfeld aktiviert werden als in Fe–PBSMCs.

Zusätzlich lassen sich für Fe–Composite mit 30-vol.%, 40-vol.% und 50-vol.% Füllstoffanteil im Polymer Plateaus bzw. Stufen feststellen, bei denen keine Erhöhung der Anzahl von Domänenwänden mehr stattfindet. Für das Material PP+50-vol.%Fe beginnt dieses Plateau bei einem Überschussfeld $H_{exc} = 100\text{A/m}$, ist ab 200A/m überwunden und die

Anzahl der Domänenwände steigt wieder an. Für die Materialien PP+40-vol.%Fe und PP+30-vol.%Fe beginnt das Plateau bei 150A/m , bzw. 400A/m . Eine weitere Erhöhung der Domänenwandanzahl in den Partikeln kann für den gewählten Messbereich nicht festgestellt werden.

Der Grund für dieses Verhalten ist der minimal erreichbare Blochwandabstand a in den Partikeln. Man muss beachten, dass in einem gering gefülltes PBSMC weniger weichmagnetisches Volumen die gleiche Polarisierung erreichen muss im Vergleich zu einem höher gefüllten PBSMC. Dies bedeutet, dass für den scheinbar gleichen Ummagnetisierungsprozess in gering gefüllten Compositen pro Partikel effektive mehr Domänenwände nötig sind als in hoch gefüllten Compositen. Der Abstand der Domänenwände kann aber einem bestimmten Wert nicht weiter vermindert werden, es können keine weiteren Domänenwände gebildet werden und die anomalen Verluste steigen an. Es findet nur noch eine kohärente Drehung der magnetischen Momente statt.

Auch wurden für Füllgrade $x \geq 60\text{-vol.\%}$ erhöhte Kontakte zwischen den Partikeln beschrieben die in Partikelanhäufungen Korngrenzen ähneln, was in einem polykristallinen Material zu Kooperativphänomenen in den Domänenwandstrukturen führt [74, 75] und somit eine Ummagnetisierung PBSMCs höherer Füllgrade weiter erleichtert.

Anhand der Auswertung der Messungen kann gezeigt werden, dass trotz der annehmlich falschen Modellvoraussetzungen zur Berechnung des Feldes H_w (siehe Gl. 2.21, S. 10) sich die auftretenden Phänomene bezüglich der Verluste in PBSMCs qualitativ gut beschreiben lassen. Auch wurde ein ähnliches Modell von Bertotti [76, 77] an gepressten Eisenpartikeln in [78] angewandt.

Ein Vergleich der aus den gemessenen Koerzitivfeldstärken mit Formel 2.12 (Seite 8) bestimmten Gesamtverlusten mit experimentell ermittelten Verlusten an ASC100.29-Proben ist in Abb. 4.4 dargestellt. Zu sehen ist, dass mit sinkendem Anteil magnetischen Materials im PBSMC die experimentell bestimmten Verluste immer stärker von den aus der Koerzitivfeldstärke errechneten abweichen. Bei einem Füllgrad von $x = 0,1$ betragen die tatsächlich gemessenen Verluste nur noch ca. 60% derer aus der gemessenen Koerzitivfeldstärke berechneten Verluste. Eine Veränderung des Ummagnetisierungsverhaltens findet hier ab 50-vol.% statt.

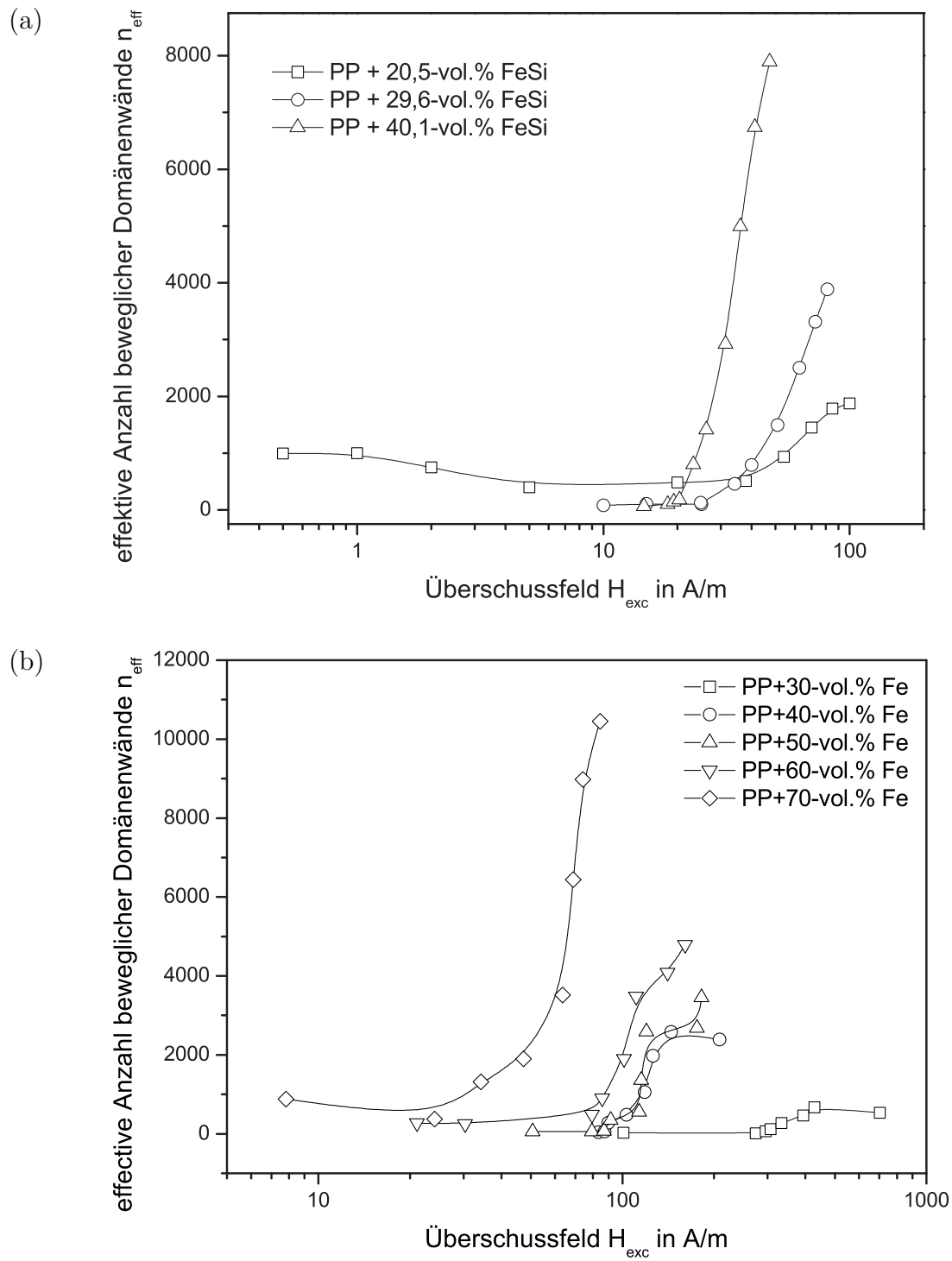


Abb. 4.3: (a) Effektive Anzahl aktiver Domänenwände n_{eff} in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit vom Überschussfeld H_{exc} [70];
(b) Effektive Anzahl aktiver Domänenwände n_{eff} in PP-Fe-PBSMCs mit Partikeldurchmesser $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit vom Überschussfeld H_{exc}

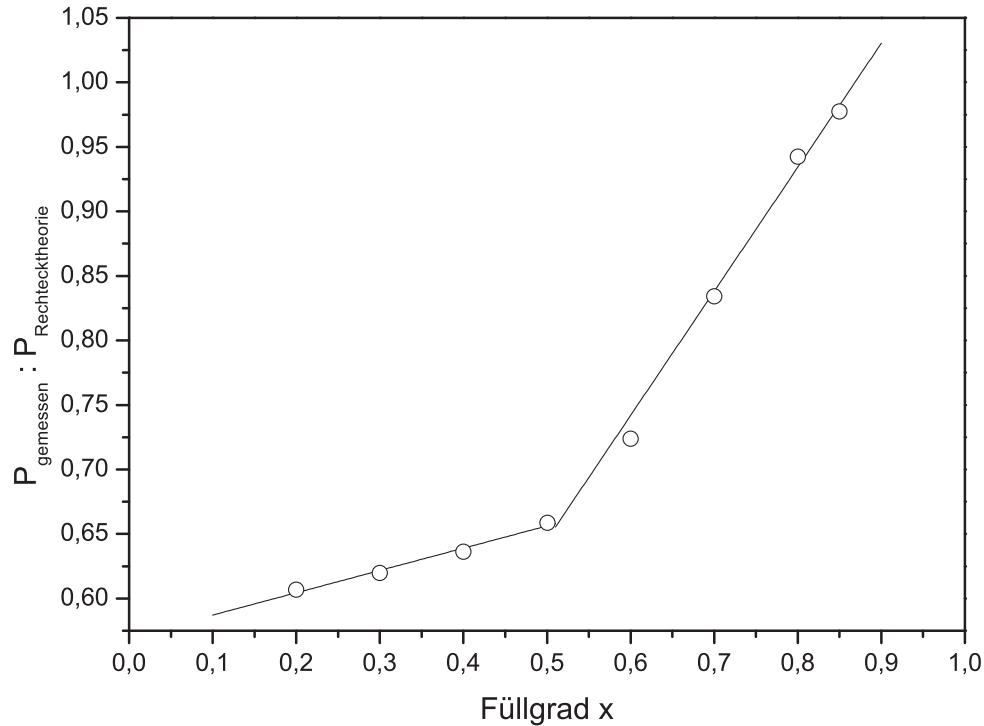


Abb. 4.4: Vergleich von gemessenen Ummagnetisierungsverluste mit Verlusten, berechnet aus der Koerzitivfeldstärke bei einer Frequenz $f = 1\text{Hz}$

4.1.2 Feldstärke

Die Füllgradabhängigkeit der Koerzitivfeldstärke ist in Abbildung 4.5(a) aus [79] abgebildet. Verglichen wurden die Koerzitivfeldstärken von Fe-PBSMC mit variierenden Füllgraden gemessen bei einer Polarisierung von $J_0 = 0,07T$. Die Ergebnisse zeigen einen linearen Abfall der Koerzitivfeldstärke mit steigendem Füllgrad entsprechend der Formel $H_c[x] = 564,23A/m - 563,91A/m \cdot x$. Die ermittelten Werte entsprechen der Gleichung von Néel (Gl. 2.22, S. 11). Die theoretische Koerzitivfeldstärke bei $x = 1$ ist sehr gering, da bei einer sehr geringen Polarisierung gemessen wurde.

Im Normalfall wird die Koerzitivfeldstärke nahe dem magnetisch gesättigten Zustand gemessen. Mit sinkendem Füllgrad steigt das Feld an, welches nötig ist um eine Polarisierung zu erreichen, die nahe der Sättigungspolarisation liegt. Da es mit dem zur Verfügung stehendem Messsystem nicht möglich war für jeden Füllgrad hohe Feldstärken zu erreichen, wurden die Messungen bei einer geringen Polarisierung aufgenommen.

Eine weitere Messreihe ist in Abbildung 4.5(b) dargestellt. Gemessen wurde die Feldstärke

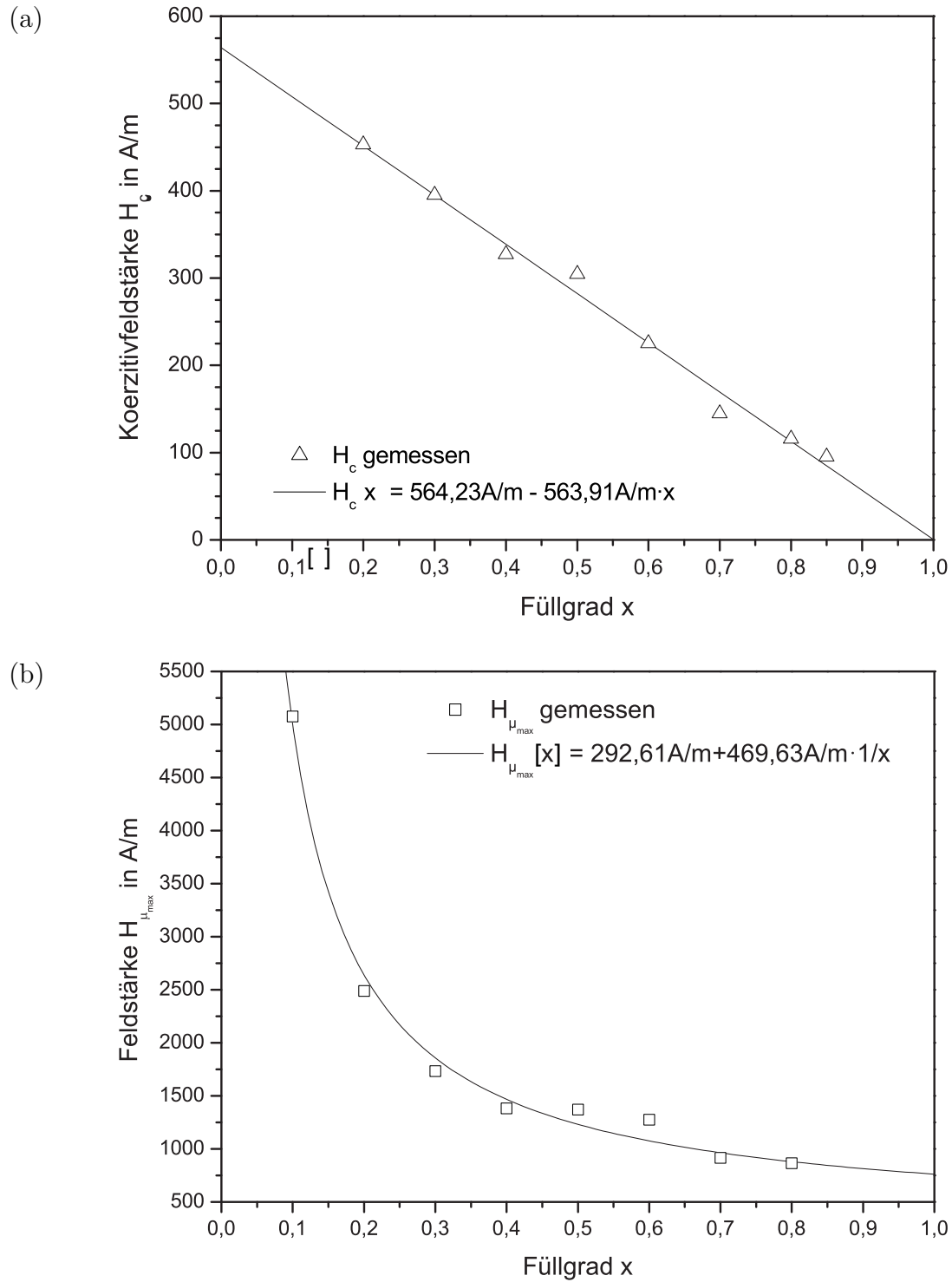


Abb. 4.5: (a) Koerzitivfeldstärke H_c von PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88 \mu\text{m}$ in Abhängigkeit vom Füllgrad x bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$ [79];
 (b) Feldstärke $H_{\mu_{\max}}$ bei der Maximalpermeabilität μ_{\max} in FeCoV-Wachs-Compositen in Abhängigkeit vom Füllgrad x

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

bei Maximalpolarisation $H_{\mu_{max}}$, die nahe der Koerzitivfeldstärke liegt. Um dies unabhängig vom inneren Entmagnetisierungsfaktor zu messen, muss die Hysteresekurve um den Anteil des inneren entmagnetisierenden Feldes zurückgeschert werden. Für $0,2 \leq x \leq 1$ kann der Verlauf der Feldstärke bei der Maximalpermeabilität als ungefähr linear betrachtet werden. Für sehr geringe Füllgrade $x \leq 0,2$ gilt $H_{\mu_{max}} \rightarrow \infty$. Der Gesamtverlauf kann mit $H_{\mu_{max}} \sim \frac{1}{x}$ beschrieben werden. Bei genauer Betrachtung stellt sich dieser Verlauf der Feldstärke als der korrekte dar, da für einen Füllgrad $x = 0$ keine Koerzitivfeldstärke definiert ist. Néels Modell (Gl. 2.22, S. 11) definiert dagegen eine Koerzitivfeldstärke für $x = 0$ und rechnet diese linear auf $H_c = 0$ für $x = 1$ herunter, was korrekt erscheint, wenn alle Materialien bei der gleichen Polarisation für geringe Polarisationen verglichen werden.

Eine einfache Vorstellung hilft bei der Erklärung dieses Verlaufes. Wenn davon ausgegangen wird, dass die Polymermatrix einen magnetischen Werkstoff darstellt, mit einer Sättigungspolarisation $J_s \rightarrow 0$ und Koerzitivfeldstärke $H_c \rightarrow \infty$ dann stimmt der Verlauf der Feldstärke H_c , bzw. $H_{\mu_{max}}$, über x auch mit Knellers Überlegung aus [25] überein.

Durch die sehr geringe Sättigungspolarisation wird die Koerzitivfeldstärke H_c weniger stark an das Polymer gebunden und sinkt schon bei geringen Anteilen Magnetischen Materials im PBSMC stark ab bis sie für $x \approx 0,2$ einen Wert nahe der Koerzitivfeldstärke des magnetischen Materials hat. Für den dargestellten Maßstab in Abb. 4.5(b) ist $H_{\mu_{max}}$ für $x = 0,2$ nur bedingt nahe $H_{\mu_{max}}$ für $x = 1$, betrachtet man aber den Gesamtmaßstab mit $H_{\mu_{max}} \rightarrow \infty$ für $x = 0$, dann besitzt $H_{\mu_{max}}$ bei $x = 0,2$ nur noch eine geringe Abweichung vom Wert der Feldstärke bei $x = 1$.

Auffallend ist weiterhin, dass der Fit der Koerzitivfeldstärke für den Füllgrad $x = 1$ relativ hoch ist. Dies kann dadurch erklärt werden, dass die gefittete Koerzitivfeldstärke ein Fit von Partikeln, mit Grenzen zwischen den einzelnen Partikeln ist. Diese Grenzen stellen für $x = 1$ eine erhöhte Anzahl von Korngrenzen, Versetzungen oder Einschlüssen dar und erhöhen somit die Koerzitivfeldstärke.

4.1.3 Polarisation

Untersucht wurden Polarisationswerte an verschiedenen charakteristischen Punkten der Hysteresekurve. Abbildung 4.6 zeigt die ermittelten Sättigungspolarisationen für PP- $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ -PBSMCs. Die experimentellen Werte zeigen nur eine geringe Abweichung von den theoretischen Daten nach Gleichung 2.26.

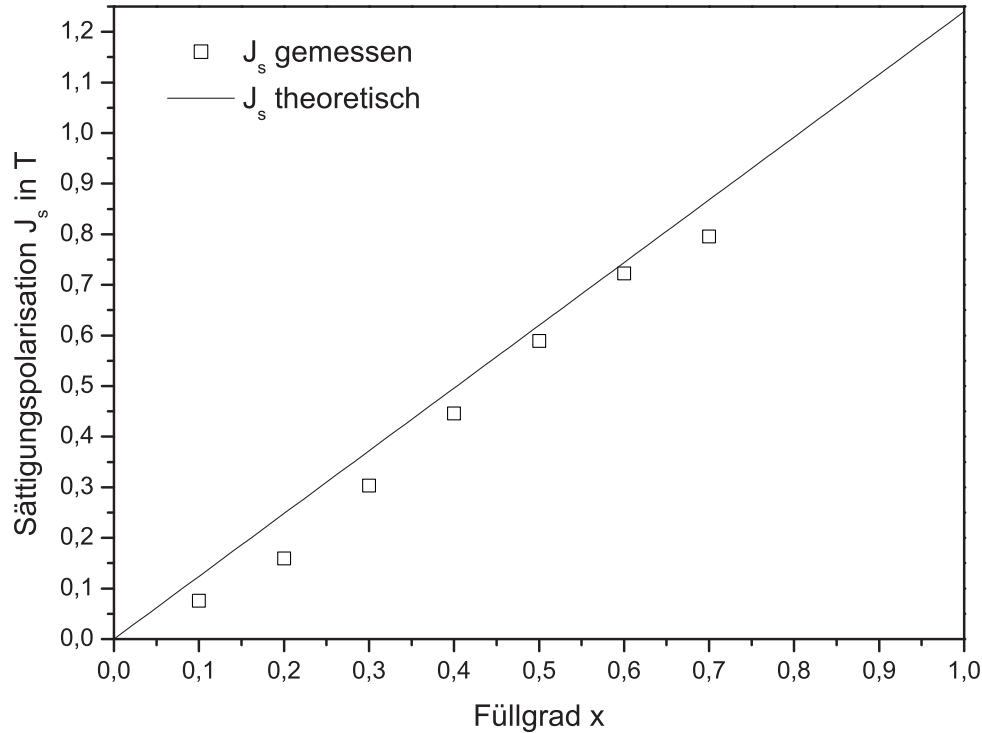


Abb. 4.6: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s vom Füllgrad x von PP- $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ -PBSMCs

In Abbildung 4.7(a) ist die gemessene Sättigungspolarisation von FeCoV-Wachs-Compositen aufgezeichnet. Erste Messwerte (Symbol \bigcirc) zeigten eine starke Abweichung zum theoretischen Verlauf (durchgezogene Linie —). Aus späteren Messungen mit ausgerichteten Partikel im Composite (siehe Abschnitt 4.4, S. 81) wurde ebenfalls die Sättigungspolarisation ermittelt und mit der theoretischen Sättigungspolarisation verglichen (\square in Abb. 4.7(a)). Eine bessere Übereinstimmung der Werte konnte sofort festgestellt werden. Während die Sättigungspolarisation J_s unabhängig von der Kristallanisotropie und somit auch unabhängig von einer Ausrichtung der Partikel ist, ist dies für den Verlauf der Magnetisierungskurve nicht gegeben. Für unausgerichtete FeCoV-Partikel in Wachsmatrix

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

kann man theoretisch eine Sättigungspolarisation bestimmen. Die mit der vorhandenen Messapparatur maximal einstellbare Feldstärke ist allerdings nicht groß genug um eine Polarisation zu erreichen, die eine sinnvolle Bestimmung der Sättigungspolarisation ermöglicht. Eine Ausrichtung der Partikel und eine somit folgende Magnetisierung in eine magnetisch leichtere Richtung vermindert diesen Effekt, kann ihn aber nicht komplett aufheben. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 4.7(b) ein Vergleich der Neukurven von FeCoV–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,4$ dargestellt. Es ist klar zu erkennen dass die Neukurve der ausgerichteten Probe wesentlich steiler verläuft und bei einer geringeren Feldstärke eine Polarisation erreicht die näher an der Sättigungspolarisation liegt als die Neukurve der nicht ausgerichteten Partikel im Composite.

Zusätzlich wurde anhand einer Messung der Curie–Temperatur T_c mittels thermogravimetrischer Analyse (TGA 2950¹⁸) überprüft ob die Angaben seitens des Herstellers über Anteile der Elemente in den FeCoV–Partikeln korrekt sind. Das Ergebnis ergab $T_c = 980^\circ\text{C}$, was der Legierung $\text{Fe}_{49}\text{Co}_{49}\text{V}_2$ entspricht [28] und somit mit den Herstellerangaben übereinstimmt.

Eine weitere interessante Erkenntnis ist, dass aufgrund der nanokristallinen Struktur des $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ es keine magnetische Vorzugsrichtung in diesen Partikeln gibt. Eine Polarisation nahe der Sättigungspolarisation für statistisch ausgerichteten $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ –Partikel wird bei einer geringeren Feldstärke erreicht im Vergleich zu statistisch orientierten FeCoV–Partikeln.

Die Abbildungen 4.8(a) und (b) zeigen verschiedene Polarisationen, gemessen an FeCoV–Wachs–Proben. Dargestellt in Abb. 4.8(a) ist die Remanenz J_r der PBSMC mit variierendem Füllgrad für eine ungescherte Kurve, ohne Beeinflussung des Entmagnetisierungsfaktors. Dagegen ist in Abbildung 4.8(b) die Polarisation J bei der Maximalpermeabilität μ_{max} aufgezeichnet. Angenommen ist hier wieder eine Kurve mit einem Entmagnetisierungsfaktor von $N = 0$ um nur die Einflüsse des Füllgrades, unabhängig vom inneren Entmagnetisierungsfaktor, zu ermitteln. Beide Grafiken zeigen eine lineare Abhängigkeit der jeweiligen Polarisation J vom Füllgrad x .

Aus den Ergebnissen aus Abb. 4.6 bis 4.8(b) ist schlusszufolgern, dass die Polarisation an

¹⁸TA Instruments, ein Unternehmensbereich der Waters GmbH, Eschborn, Deutschland

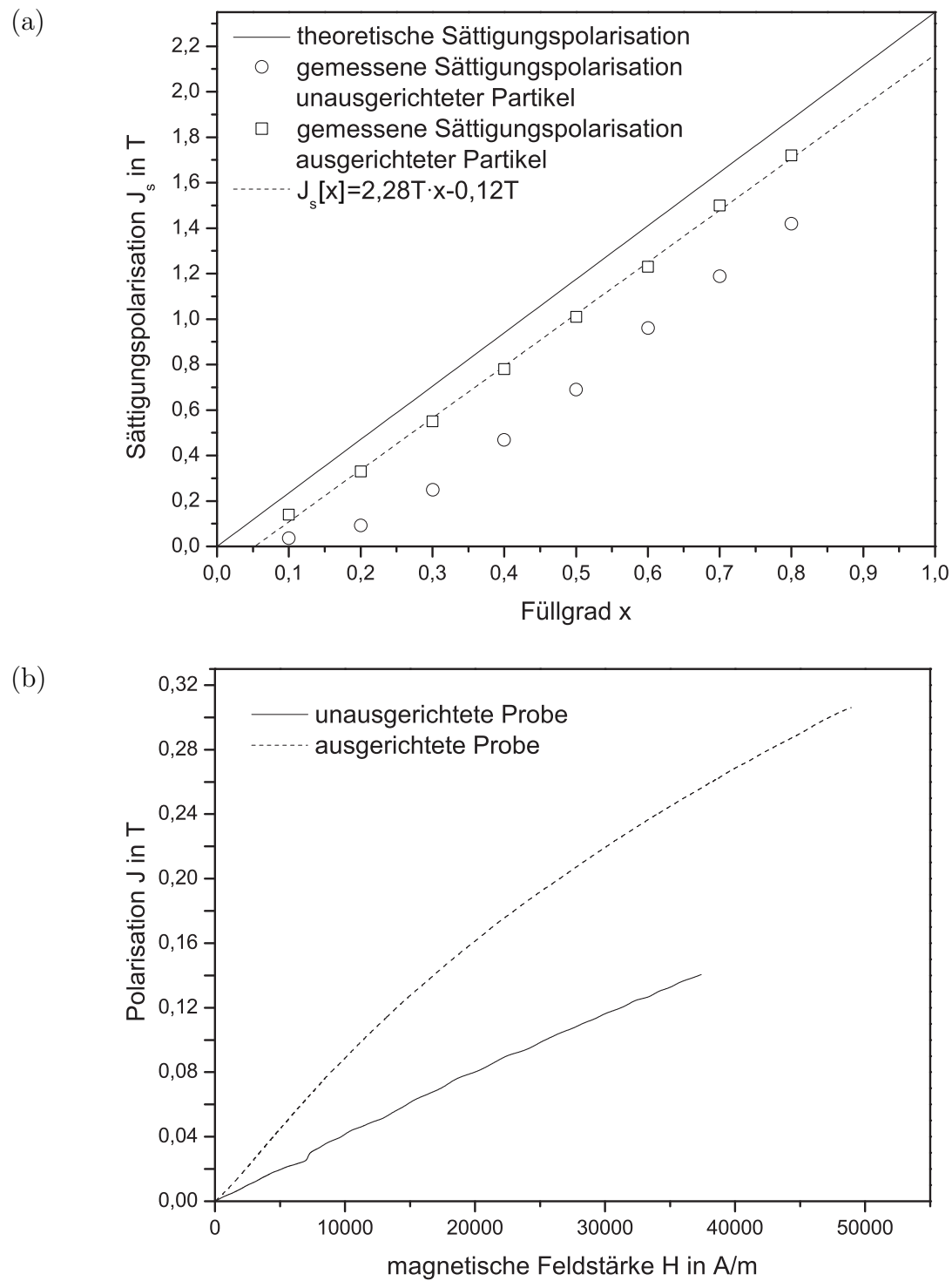


Abb. 4.7: (a) Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s vom Füllgrad x von FeCoV-Wachs-Compositen;
 (b) Vergleich der Neukurven von FeCoV-Wachs-Compositen bei Füllgrad $x = 0,4$

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

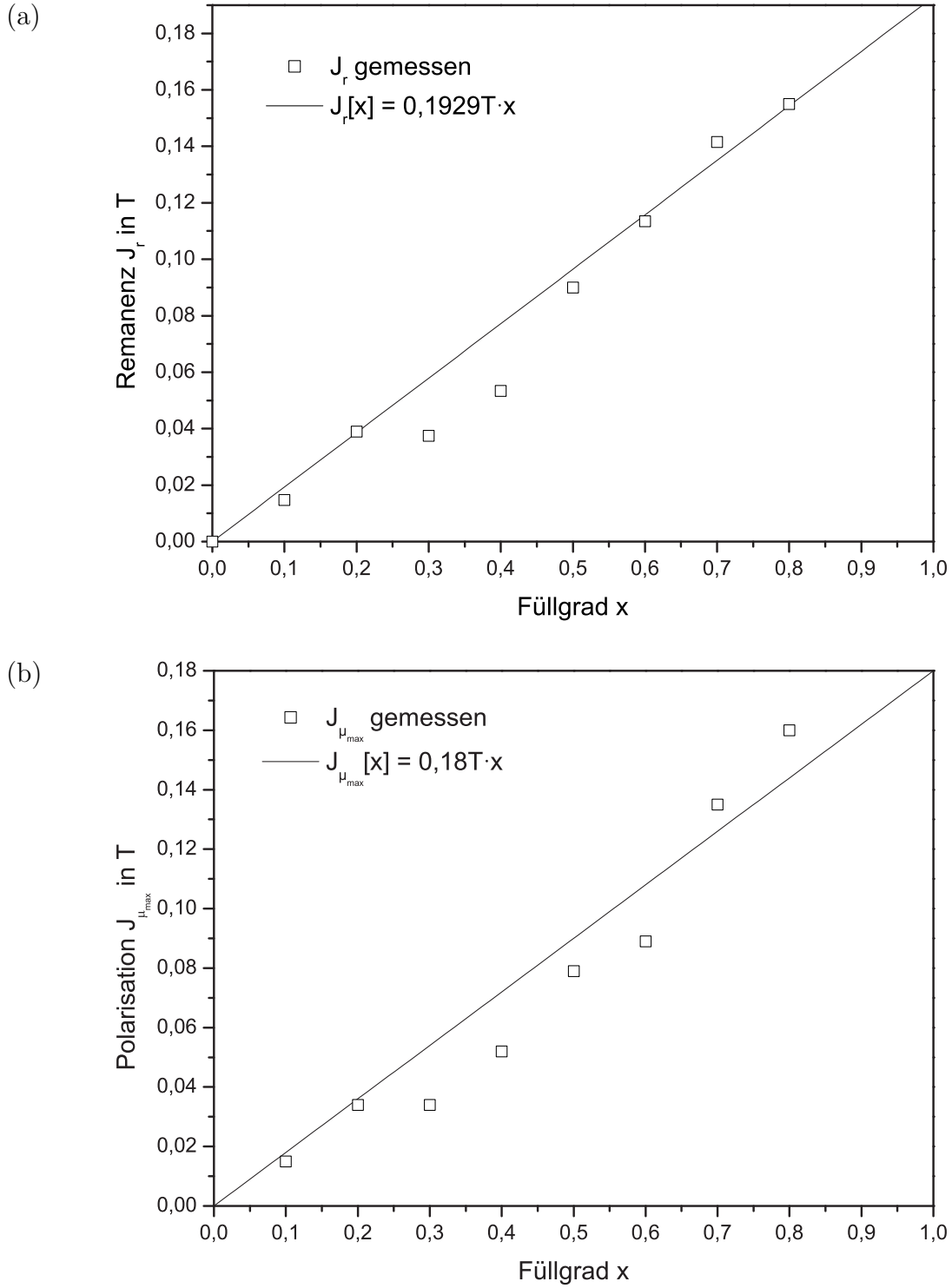


Abb. 4.8: (a) Abhängigkeit der Remanenz J_r vom Füllgrad x in FeCoV–Wachs–Compositen bei ungescherten Hysteresekurven;
(b) Abhängigkeit der Polarisation $J_{\mu_{max}}$ vom Füllgrad x in FeCoV–Wachs–Compositen bei ungescherten Hysteresekurven

jedem charakteristischen Punkt der Hystereseurve für eine ungescherte Hystereseurve mit einem Entmagnetisierungsfaktor $N = 0$ eine lineare Abhängigkeit vom Füllgrad zeigt.

4.1.4 Permeabilität

Die Abhängigkeit der gemessenen Permeabilitäten vom Anteil weichmagnetischer Partikel im Polymer ist in Abbildung 4.9 und 4.10 aus [79] dargestellt. Die Werte wurden mit den im theoretischen Teil vorgestellten mathematischen Modellen in zwei Schritten verglichen (Gl. 2.30 – 2.40). Im ersten Schritt erfolgte ein Vergleich der Messdaten mit Formeln 2.30

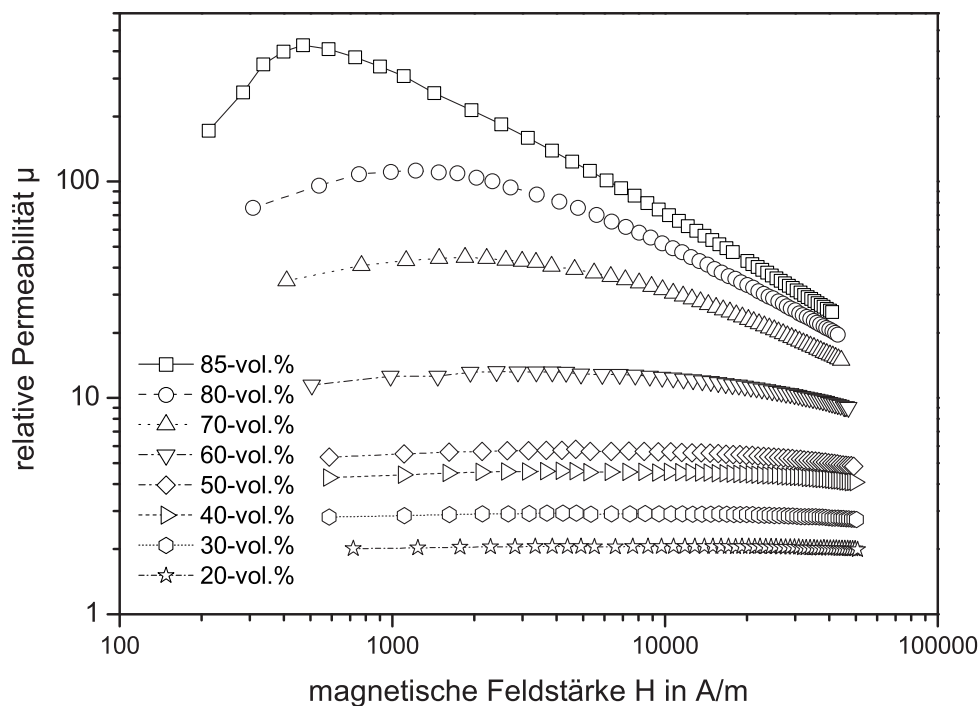


Abb. 4.9: Abhängigkeit der Permeabilität μ von der magnetischen Feldstärke H für verschiedene Füllgrade x von PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ aus [79]. Die Symbole in der Kurve von PP+85-vol.%Fe zeigen exemplarisch die Datendichte, Linien sind gefittete Messwerte.

– 2.34, die nur von der Permeabilität der Polymermatrix und dem Füllgrad abhängig sind. Die Permeabilität des Füllstoffes wird als unendlich angenommen.

Der zweite Schritt führte einen Vergleich mit Modellen (2.35 – 2.40) durch, die sowohl die Permeabilität der Polymermatrix als auch die Permeabilität des Füllstoffes in die Be-

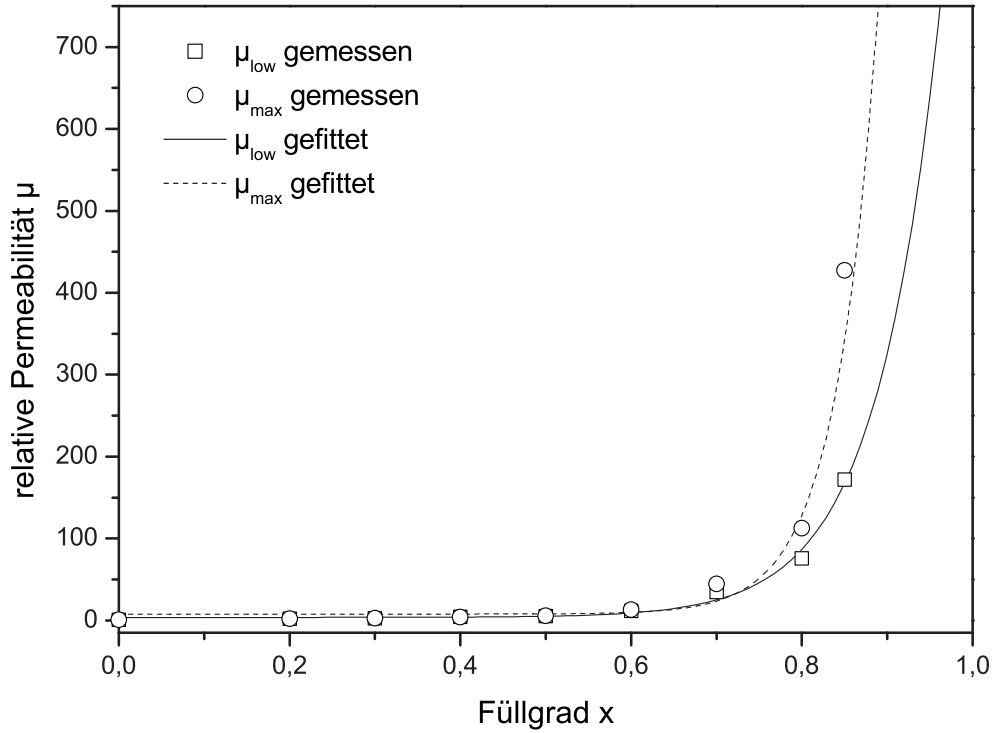


Abb. 4.10: Vergleich der Permeabilität bei geringem Feld μ_{low} und Maximalpermeabilität μ_{max} in Abhängigkeit vom Füllgrad x von PP-Fe-PBSCs mit $\bar{d} = 88\mu\text{m}$ aus [79]. Symbole sind Messdaten, Linien sind gefittet zur Bestimmung von μ_{low} und μ_{max} für $x = 1$ (siehe Text auf Seite 59)

rechnung der effektiven Compositepermeabilität einbeziehen. Allerdings muss für diese Berechnungen die Permeabilität des Füllstoffes bekannt sein. Durch Extrapolieren der Permeabilitätsmesswerte zu einem Füllgrad $x \rightarrow 1$ wurde die Maximalpermeabilität zu $\mu_{\text{max}} \approx 7091$ und die Permeabilität bei 3% der Maximalpolarisation zu $\mu_{\text{low}} \approx 1253$ genähert (siehe Abbildung 4.9). Die Möglichkeit das Eisenpulver auf einen Volumenanteil von beinahe 100% zu pressen wurde nicht angewandt, da durch den aufgebrachten Druck eine Verformung der Partikel stattfinden könnte, was Versetzungen und innere Spannungen nach sich zieht, was wiederum die Permeabilität des Werkstoffes vermindert. Eine anschließende Wärmebehandlung würde die Permeabilität wieder erhöhen, aber auch die Korngrenzen vermindern und möglicherweise die Partikel sintern, was zu einer starken Veränderung des Charakters des Werkstoffes führen würde. Auch würden geringe, zurückbleibende Lücken die Permeabilität stark absenken.

Aus praktikablen Gründen wurde für die Berechnungen der Compositepermeabilität diese ermittelte Durchschnittspermeabilität benutzt, obwohl die Permeabilität mit den unterschiedlichen Partikelgrößen variiert.

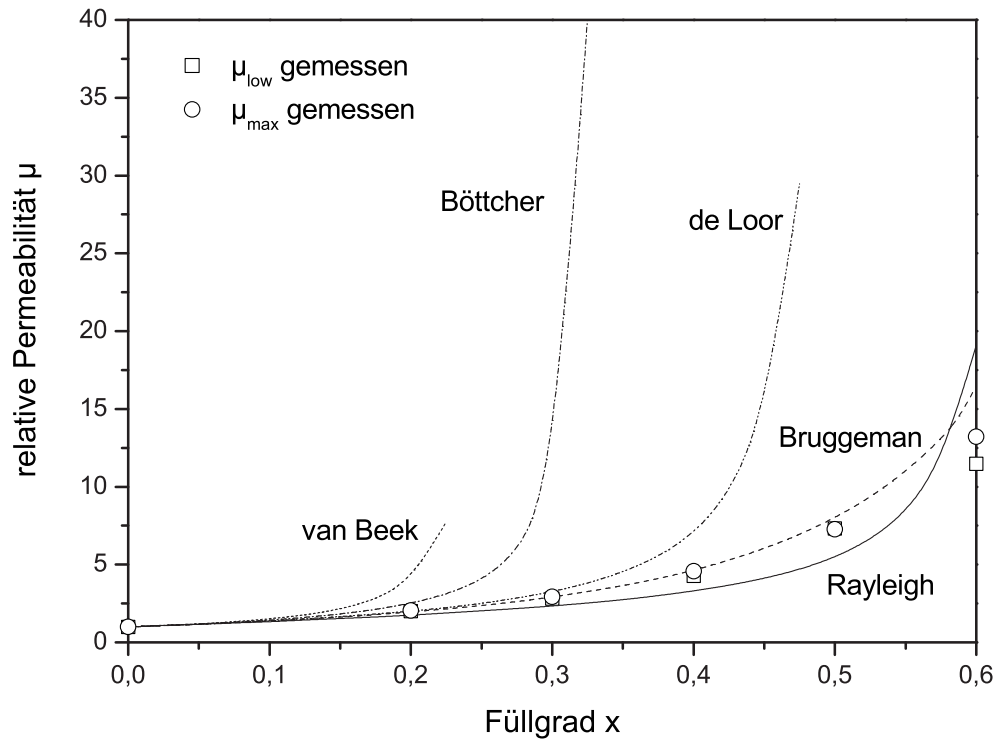


Abb. 4.11: Vergleich von verschiedenen mathematischen Modellen mit der gemessenen Permeabilität μ von PP-Fe-PBSCs mit $\bar{d} = 88\mu\text{m}$ für $x \leq 60\text{-vol.}\%$ [79]

Abb. 4.11 aus [79] zeigt die gemessenen Start- und Maximalpermeabilitäten im Vergleich mit den berechneten Permeabilitätsverläufen für Füllgrade $0 \leq x \leq 0,6$. Deutlich zu sehen ist, dass die Modelle, hergeleitet von van Beek (Gl. 2.34), Böttcher (Gl. 2.32) und de Loor (Gl. 2.33) nur die Permeabilität unterhalb eines Füllgrades von $x = 0,2$ (beziehungsweise $0,3$ für de Loor) zufrieden stellend beschreiben. Auch das von Rayleigh entwickelte Modell (Gl. 2.30) zeigt nur eine unzureichende Übereinstimmung mit gemessenen Werten. Im Gegensatz dazu beschreibt das von Bruggeman entwickelte einfache Modell (Gl. 2.31) die gemessenen Permeabilitäten im Bereich $0 \leq x \leq 0,6$ ausreichend genau. Durch die Annahme der unendlich großen Permeabilität des Füllmaterials zeigt sich eine bessere Übereinstimmung mit den Werten der Maximalpermeabilität als mit der Startpermeabilität.

4.1 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit vom Füllgrad

Permeabilitäten, berechnet mit den Modellen 2.35 bis 2.39 sind in Abbildung 4.12 aus [79] mit experimentellen Werten verglichen worden. Da Bruggemans Formel (Gl. 2.31) eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Werten zeigte, wurde der hiermit berechnete Permeabilitätsverlauf mit einbezogen und aufgrund der schlechten Übereinstimmung der oberen Grenze aus der Hashin–Shtrikman Beziehung (Gl. 2.40) mit den gemessenen Permeabilitäten, wurde diese nicht mit aufgeführt.

Die Faktoren $C_1 = 5 \cdot 10^{-5}$ und $C_2 = 2,14$ des empirischen Agari–Uno Modells (siehe Gl. 2.37) wurden durch Anpassen bis zur besten Übereinstimmung mit den experimentellen Werten ermittelt. Es muss allerdings erwähnt werden, dass keine physikalische Bedeutung dieser Faktoren existiert.

Im McLachlan Modell wurden die Morphologieparameter z und \hat{x}_{pc} ebenfalls durch Anpassung zu $z = 2,5$ und $\hat{x}_{pc} = 0,15$ bestimmt. Die Parameter befinden sich in derselben Größenordnung wie sie für gesinterte Nickelproben in [80] ermittelt wurden ($z = 1,55 \pm 0,3$ und $\hat{x}_{pc} = 0,925 \pm 0,07$).

Obwohl die von Bruggeman aufgestellte Gleichung nicht die Permeabilität des magnetischen Füllstoffes mit in die Berechnung der effektiven Permeabilität einbezieht, stimmen die theoretischen Werte gut mit den Experimentellen überein. Auch mit dem Modell von Agari–Uno und McLachlan können die Messdaten gut beschrieben werden. Allerdings kann mit Anpassung der Parameter C_1 und C_2 , beziehungsweise z und \hat{x}_{pc} fast jede Kurvenform eingestellt werden. Der Nachteil hierbei ist, dass der Verlauf der Permeabilität bekannt sein muss um diese Parameter zu ermitteln. Eine Voraussage der Compositepermeabilität ist dadurch praktisch unmöglich.

Die gemessenen Permeabilitäten können auch durch die Cheng–Vachon Gleichung (Gleichung 2.36) bis zu einem Füllgrad $x = 0,5$ ausreichend genau beschrieben werden. Für höhere Anteile des Füllmaterials stimmt auch dieses Modell nicht mehr mit den Messwerten überein.

Alle gemessenen Permeabilitätswerte liegen zwischen beiden Hashin–Shtrikman Grenzen (Gl. 2.39, 2.40). Für Füllgrade $x \leq 0,5$ zeigen die experimentellen Daten eine gute Übereinstimmung mit der unteren Grenze (Gl. 2.39). Bei einem höheren Anteil von Eisenpartikeln im Polymer liegen die Messwerte deutlich über der unteren Grenze, aber immer noch weit

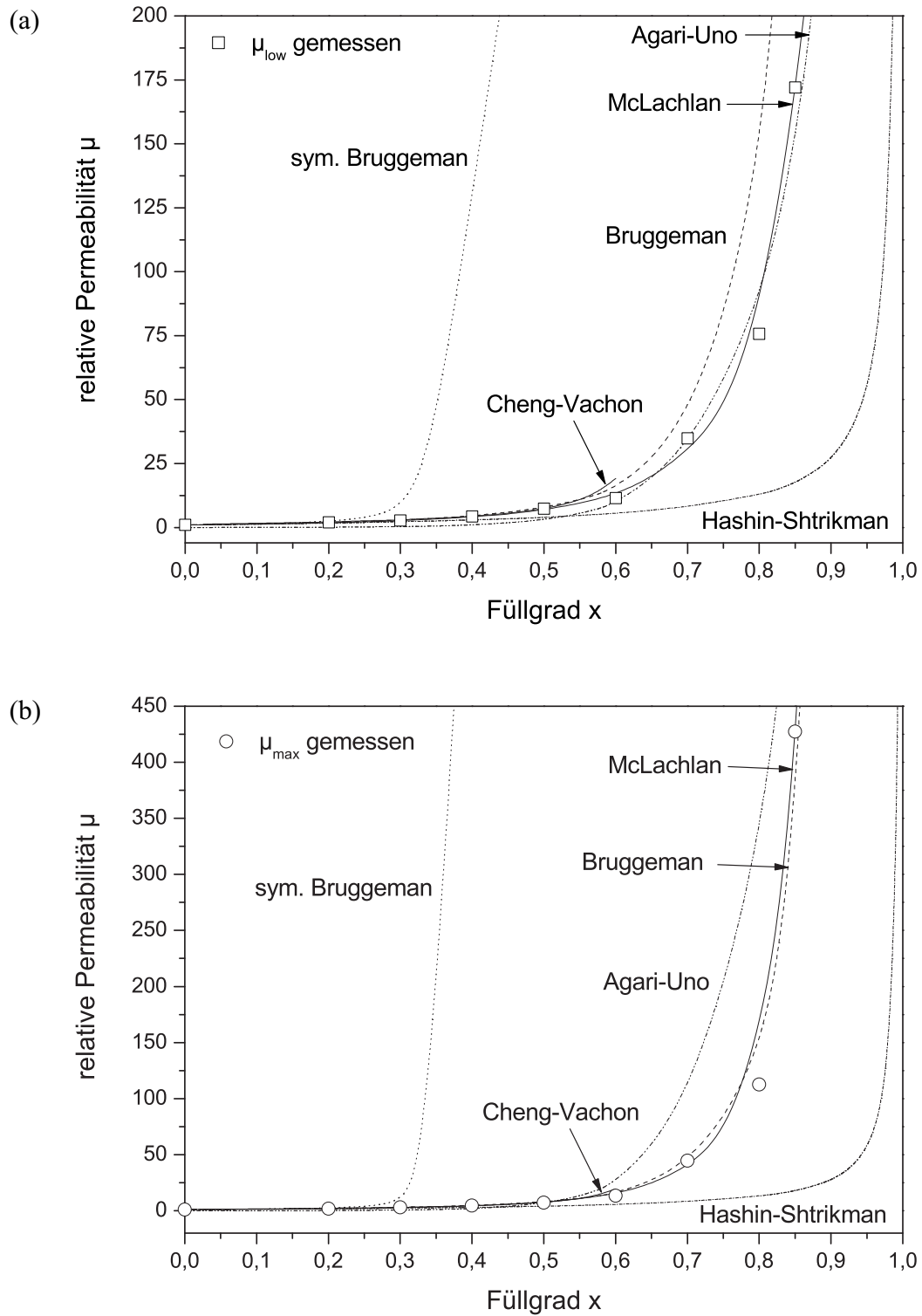


Abb. 4.12: Vergleich von verschiedenen mathematischen Modellen mit der gemessenen Permeabilität μ von PP-Fe-PBSCs mit $\bar{d} = 88\mu\text{m}$ in Abhängigkeit vom Füllgrad x mit (a) für gemessene Permeabilität bei einer Feldstärke bei 3% der maximalen Polarisierung und (b) für Maximalpermeabilität aus [79]

entfernt vom oberen Grenzwert. Das Hashin–Shtrikman Modell geht von untereinander unabhängigen, sphärischen Partikeln aus. Die erste Abweichung von dieser Idealvorstellung liegt in der Form der Partikel. Die benutzten ASC100.29 Eisenpartikel besitzen eine irreguläre Form (Abb. 3.1(a)). Zusätzlich wurde bereits gezeigt, dass bei Füllgraden von 20-vol.% bis 40-vol.% die Partikel beginnen, sich gegenseitig zu beeinflussen [27, 39]. In [81] wurde ebenfalls beschrieben, dass Wechselwirkungen ab Füllgraden $x > 28\text{-vol.}\%$ auftreten.

Weiterhin sind in Abbildung 4.9 die Permeabilitäten in Abhängigkeit von der magnetischen Feldstärke für die untersuchten Füllgrade mit ASC100.29 ($\bar{d} = 88\mu\text{m}$) dargestellt. Wie zu sehen ist, erfahren die Kurven ein Maximum, die Maximalpermeabilität μ_{max} . Die Abhängigkeit der magnetischen Feldstärke, bei der μ_{max} erreicht ist, ist eine Folge des Einflusses des Entmagnetisierungsfaktors und der linearen Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Füllgrad x . Der mit verringertem Füllgrad erhöhte Entmagnetisierungsfaktor vergrößert den Winkel α und schiebt die Kurve, was zu einer Verschiebung der Maximalpermeabilität zu höheren magnetischen Feldstärken führt.

4.1.5 Innerer Entmagnetisierungsfaktor

Abbildung 4.13 aus [82] zeigt experimentell ermittelte Werte der inneren Entmagnetisierungsfaktoren von Polypropylen gefüllt mit sphärischen FeSi-Partikeln, irregulär geformten Eisenpartikeln (ASC100.29) und mit nanokristallinem $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ in Abhängigkeit vom Füllgrad x verglichen mit Daten aus der Literatur [83–85]. Zu sehen sind drei Gruppen von Messdaten, die durch drei Kurven beschrieben werden können.

Die erste Gruppe wird durch die Funktion $N_i[x] = 1/3e^{-3x}$ beschrieben. Bei einem Füllgrad von $x \rightarrow 0$ schneidet die gefittete Kurve die Ordinate bei $N_i = 1/3$, was dem Entmagnetisierungsfaktor eines sphärischen Körpers entspricht. Die genannte Funktion beschreibt ausreichend die Füllgradabhängigkeit eines Composites gefüllt mit sphärischen FeSi- und Eisenpartikeln. Die in [83] benutzten Eisenpartikel besaßen einen Durchmesser von 1mm , während die FeSi-Partikel einen durchschnittliche Partikeldurchmesser von $\bar{d} = 136\mu\text{m}$ besaßen.

Auch die benutzten irregulär geformten Eisenpartikel zeigten dasselbe Verhalten wie ein

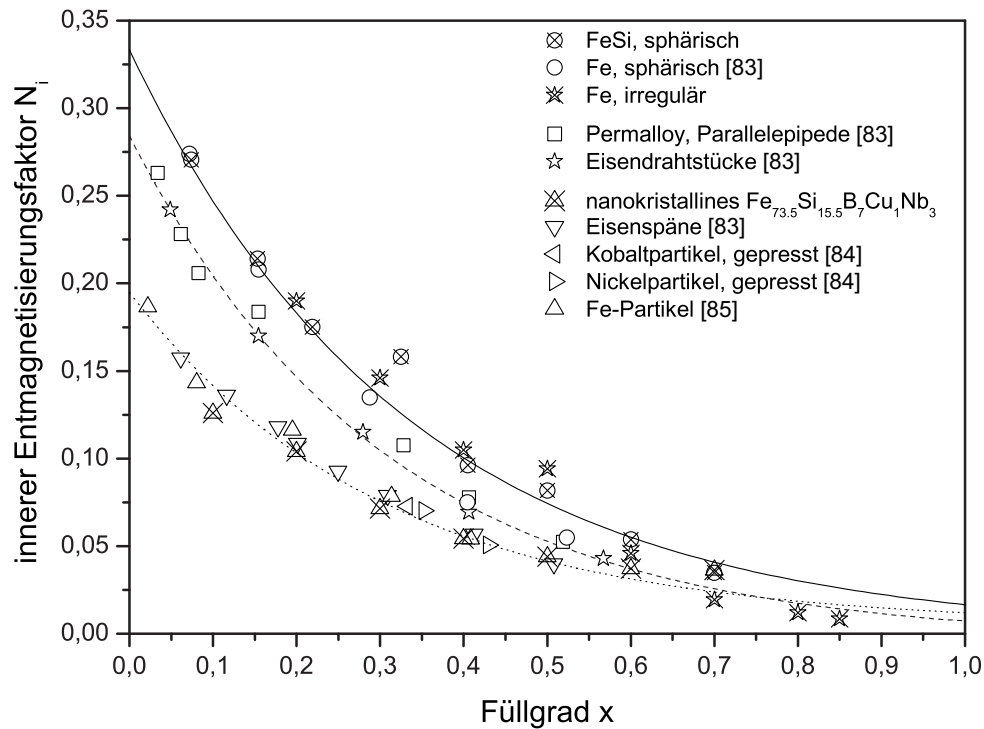


Abb. 4.13: Vergleich der ermittelten inneren Entmagnetisierungsfaktoren N_i für verschiedene PBSMC in Abhängigkeit vom Füllgrad x aus [82]. Symbole, die mit einem Kreuz markiert sind, sind eigene Messungen, weitere Daten wurden aus [83–85] entnommen. Linien sind Fitkurven (vgl. Text).

Composite, gefüllt mit sphärischen Partikeln. Es muss erwähnt werden, dass die gefittete Funktion keine physikalische Bedeutung hat. Die gefittete Funktion, wie auch die Messwerte zeigen bei hohen Füllgraden einen inneren Entmagnetisierungsfaktor $N_i > 0$. Da die Kristallstruktur eines Körpers aus 100% weichmagnetischem Material normalerweise in ihrer magnetisch leichten Richtung statistisch orientiert ist bleibt ein von Null verschiedener innerer Entmagnetisierungsfaktor [86] genau dann, wenn keine ideale Textur vorhanden ist.

Die zweite Gruppe von Messwerten wird durch die Funktion $N_i[x] = 0,288e^{-3x} - 0,004$ beschrieben. Auf der dargestellten Funktionslinie liegen Messergebnisse von Parallelepipeden und Eisendrahtstücken, gemessen von Forrer [83]. Bedauerlicherweise fehlen jegliche weiterführenden Angaben zu den magnetischen Materialien. Ein Entmagnetisierungsfaktor von $N_i \approx 0,28$ kann für Kuboide mit einem *Länge : Breite* Verhältnis von $1 : 1.25$ [87] angegeben werden.

Die dritte Messwertgruppe kann durch die Funktion $N_i[x] = 0,19e^{-3,3x} + 0,005$ gefittet werden. Sie stimmt mit den Werten von gemahlenen $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -Bändern, Eisenspänen von Forrer [83], Eisenpulver von Kranz [85] und Nickelpartikeln, benutzt von Gerlach [84], überein. Es erstaunt, dass alle Materialien denselben Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors in Abhängigkeit vom Füllgrad zeigen. Leider sind keine genaueren Daten über die Form der untersuchten Partikel von Forrer, Kranz und Gerlach den Literaturquellen zu entnehmen, so dass die Übereinstimmung als Zufall angesehen werden muss. Entweder haben alle Materialien eine ähnliche Form oder durch eine mögliche statistische Anordnung und Orientierung von irregulär, länglichen Partikeln entsteht ein Entmagnetisierungsfaktor von 0,19.

Um den Entmagnetisierungsfaktor der Messungen zu überprüfen wurde eine Mischung aus $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ und Eisen-Silizium (Verhältnis 1 : 1) PBSCMs erstellt. Der resultierende Entmagnetisierungsfaktor entspricht dem Durchschnitt der gemessenen inneren Entmagnetisierungsfaktoren der Probenkörper gefüllt mit nur einem Material. Wie zu sehen ist, zeigen die $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -PBSCMs einen relativ hohen Entmagnetisierungsfaktor für $x \rightarrow 1$, was durch eine erhöhte Anzahl an Korn- und Partikelgrenzen hervorgerufen wird, da dieses Material nanokristallin ist und eine relativ kleine Partikelgrößenverteilung besitzt, verglichen mit FeSi6.8 oder ASC100.29.

4.2 Magnetische Eigenschaften von Hybrid-PBSCMs

Gemischt wurden $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -Partikel (Material 1 mit Anteil x_1) mit Fe-Partikeln (ASC300 — Material 2 mit Anteil x_2) in variierenden Verhältnissen die in eine Wachsmatrix bei einem Gesamtpartikelanteil von 50-vol.% eingebettet wurden. Somit gilt: $(x_1 + x_2) \cdot x = 0,5$. Hauptsächlich untersucht wurden die Beeinflussungen der weichmagnetischen Eigenschaften bei Variation der Anteile der Metallpulver untereinander. Die Ergebnisse sollten somit auf jeden Gesamtfüllgrad x übertragen werden können.

4.2.1 Verluste

Exemplarisch dargestellt ist in Abbildung 4.14 die Abhängigkeit der experimentell ermittelten Verlustleistung für $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -Fe-Wachs Gemische vom Anteil der weichmagnetischen Materialien bei einer Frequenz $f = 1\text{Hz}$ und Polarisation $J_0 = 0,2T$.

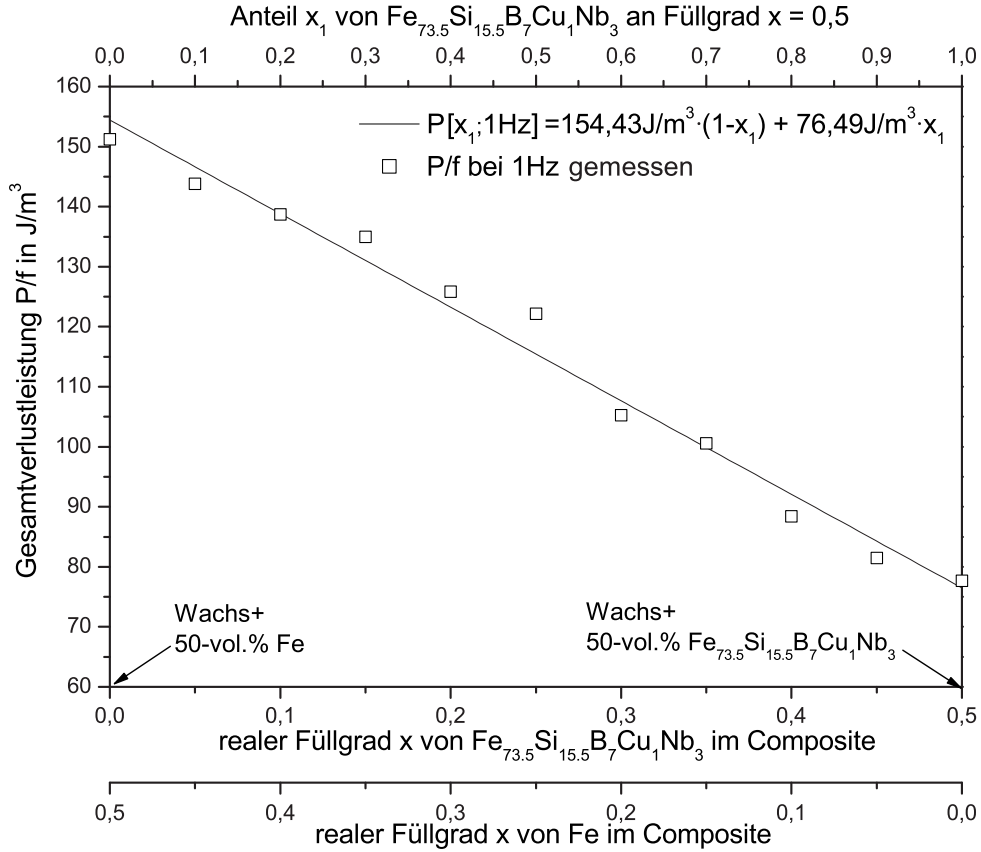


Abb. 4.14: Abhängigkeit der Verlustleistung P von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs-Compositen bei $x = 0,5$, $J_0 = 0,2T$ und $f = 1\text{Hz}$

Messungen bei anderen Polarisationen und Frequenzen zeigen die gleiche Abhängigkeit und sind deshalb nicht weiter aufgeführt.

Zu sehen ist, dass mit steigendem Anteil x_1 von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ die Verlustleistung P_1 linear bis zu der Verlustleistung P_2 des Fe-PBSMCs absinkt, einer linearen Mischungsregel folgend (4.1). Bei Kenntnis der Verlustleistungen der einzelnen Komponenten ist die effektive Verlustleistung somit leicht berechenbar.

$$P_x[x_1] = P_1 \cdot x_1 + P_2 \cdot (1 - x_1) \quad (4.1)$$

4.2.2 Koerzitivfeldstärke

Der Verlauf der Koerzitivfeldstärke mit Änderung der Anteile der weichmagnetischen Materialien ist in Abbildung 4.15 dargestellt. Für Anteile $0 \leq x_1 \leq 0,6$ (bzw. $0 \leq x \leq 0,3$) von $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{15,5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ im PBSC sinkt die Koerzitivfeldstärke stark ab bis sie für $x_1 \approx 0,6$ ungefähr den Wert der Koerzitivfeldstärke von reinem $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{15,5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ bei 50-vol.% in Wachsmatrix aufweist. Ab einem Anteil $x_1 \geq 0,6$ von $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{15,5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ sinkt die Koerzitivfeldstärke nur noch geringfügig ab.

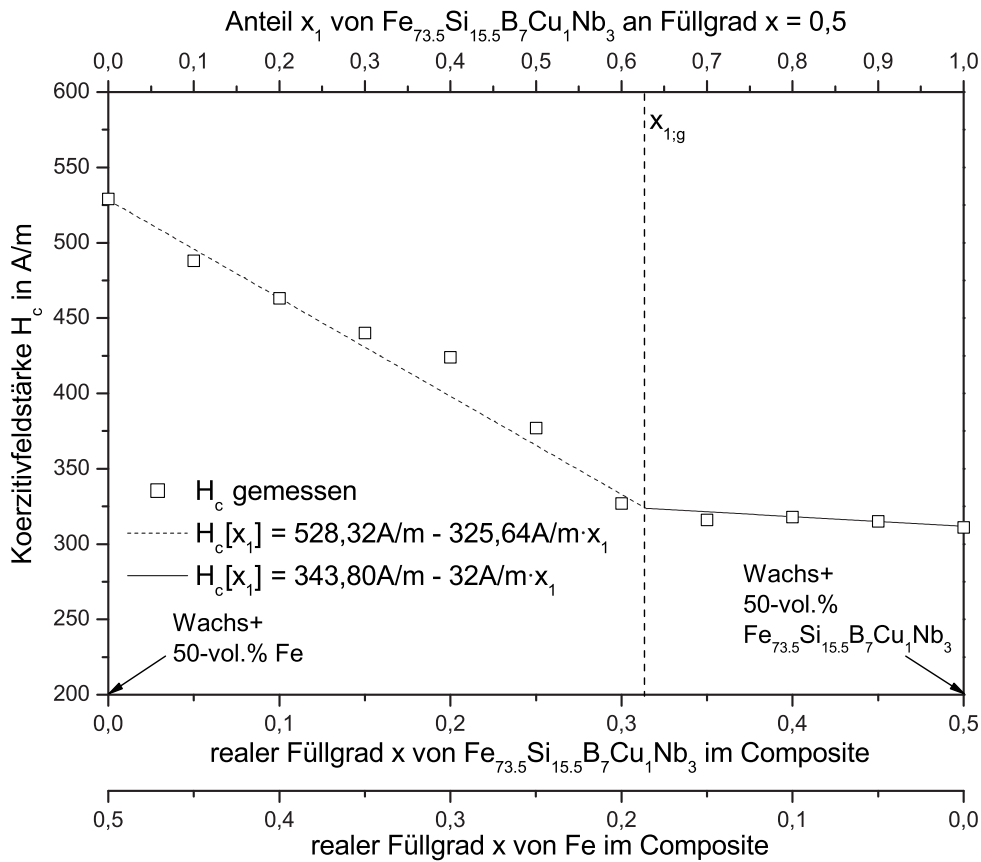


Abb. 4.15: Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs-Compositen bei $x = 0,5$ und $f = 1\text{Hz}$

Für die $\text{Fe}_{73,5}\text{Si}_{15,5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -Fe Kombination ist nach Gl. 2.23 (Seite 12) $x_{1,g} \approx 0,63$, was gut mit den Messwerten aus Abb. 4.15 übereinstimmt. Auch ist somit gezeigt, dass die Theorie der Koerzitivfeldabhängigkeit vom jeweiligen Anteil zweier gemischter magnetischer Materialien auch auf die Anteile gemischter weichmagnetischer Partikel in unmagnetischer Matrix bezogen werden kann, bei konstantem Gesamtfüllgrad x .

Mit $x_{1;g}$ ist ein genauer Grenzwert definiert ab dem die effektive Koerzitivfeldstärke bei Veränderung der Anteile der Materialien eher vom magnetisch weicheren oder mehr vom magnetisch härteren Material beeinflusst wird. Der Füllgrad kann somit in den Hauptflussbereich des magnetisch härteren Materials und des magnetisch weicheren Materials aufgeteilt und bezogen werden, wie in Abb. 4.15 dargestellt. Somit ist es möglich eine allgemein gültige Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom jeweiligen Anteil der weichmagnetischen Materialien zu berechnen. Für $x_1 \leq x_{1;g}$ kann die Koerzitivfeldstärke nach Gl 4.2 berechnet werden, für $x_1 \geq x_{1;g}$ nach Gleichung 4.3 mit $H_{c;1} < H_{c;2}$.

$$H_{c;x}[x_1] = H_{c;2} - (H_{c;2} - H_{c;1}) \cdot \left(\frac{x_1}{x_{1;g}} \right) \quad \text{für } x_1 \leq x_{1;g} \quad (4.2)$$

$$H_{c;x}[x_1] = H_{c;1} + \frac{H_{c;1}}{const} \cdot \left(\frac{1 - x_1}{1 - x_{1;g}} \right) \quad \text{für } x_1 \geq x_{1;g} \quad (4.3)$$

Der Abfall der Koerzitivfeldstärke für die Messwerte in Abbildung 4.15 beträgt $\frac{H_{c;1}}{const}$ mit $const = 26$ von $x_1 = x_{1;g}$ bis $x_1 = 1$.

In diesem Fall wird ganz besonders erkennbar, dass man die Koerzitivfeldstärke nicht eindeutig aus den Gesamtverlusten im PBSMC berechnen kann, wie die Theorie für eine rechteckige Hysteresekurve aussagt (Gl. 2.12, S. 8). Die Abhängigkeit der Verlustleistung von den Anteilen der zwei weichmagnetischen Füllstoffe folgt einer linearen Mischungsregel, die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke lässt sich nur mit Kenntnis weiterer Materialparameter voraussagen.

4.2.3 Sättigungspolarisation

Abbildung 4.16 zeigt den Verlauf der Sättigungspolarisation der PBSMCs mit veränderlichen Anteilen der Metallpartikel zueinander. Zu sehen ist, dass sich die Sättigungspolarisation linear mit den verschiedenen Anteilen der weichmagnetischen Materialien ändert und somit ebenfalls einer linearen Mischungsregel folgt, wie in Gl. 4.4 allgemein dargestellt.

$$J_{s;x}[x_1] = J_{s;1} \cdot x_1 + J_{s;2} \cdot (1 - x_1) \quad (4.4)$$

Mit $J_{s;1}$ und $J_{s;2}$, den Sättigungspolarisationen der verschiedenen weichmagnetischen Materialien und x_1 , dem Anteil von Material 1 im Werkstoffverbund.

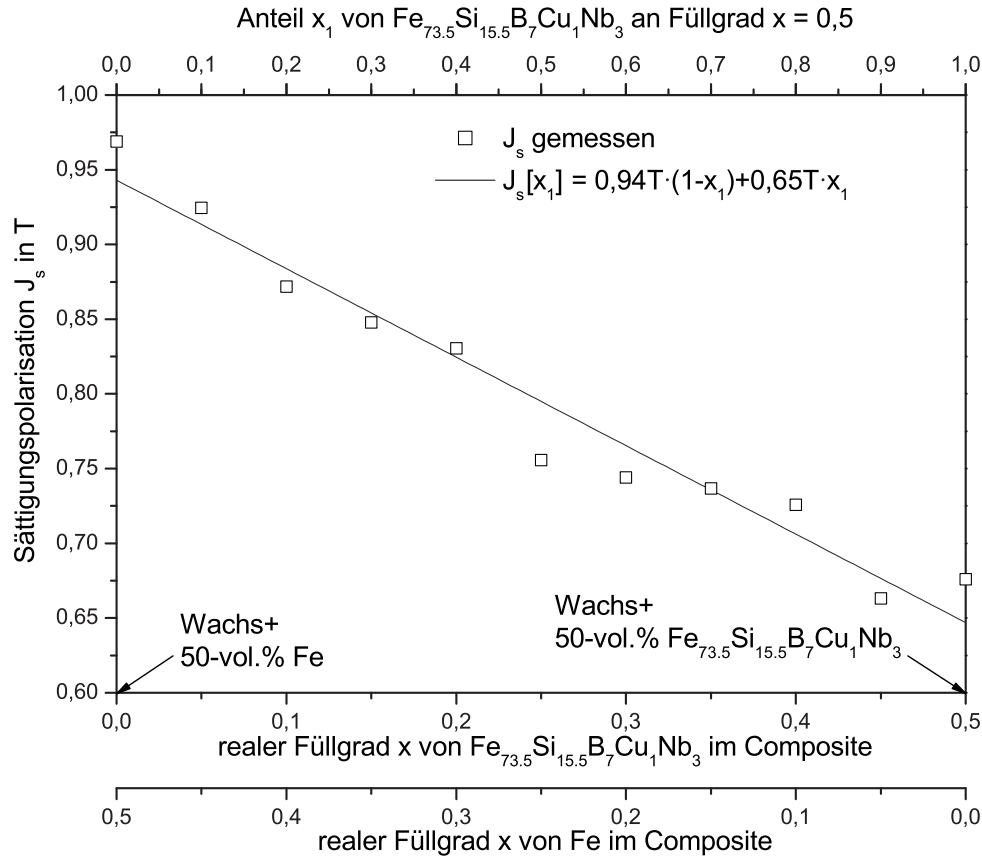


Abb. 4.16: Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs-Compositen bei Füllgrad $x = 0,5$

4.2.4 Innerer Entmagnetisierungsfaktor

Ebenfalls einer linearen Mischungsregel folgend verhält sich der Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors, dargestellt in Abbildung 4.17. Der innere Entmagnetisierungsfaktor steigt leicht mit steigendem Anteil von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ im Composite an. Während der innere Entmagnetisierungsfaktor $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ bei $x_1 = 1$ gut mit dem inneren Entmagnetisierungsfaktor bei $x = 0,5$ aus Abb. 4.13 übereinstimmt, gibt es Abweichungen für das benutzt Fe-Pulver zu niedrigeren Werten im Fall des Fe-Wachs-Gemisches. Zwar wurde für Messungen aus Abbildung 4.13 Eisenpulver mit einer höheren Partikelgrößenverteilung benutzt, was den inneren Entmagnetisierungsfaktor verringern sollte (siehe Abschnitt 4.3.4, Seite 80), die Form der Materialien ist aber sehr ähnlich. Die Verringerung des Entmagnetisierungsfaktors kann durch den Einsatz eines verschiedenen Matrixmaterials erklärt werden. Trotz seiner relativ hohen Viskosität zeigt das

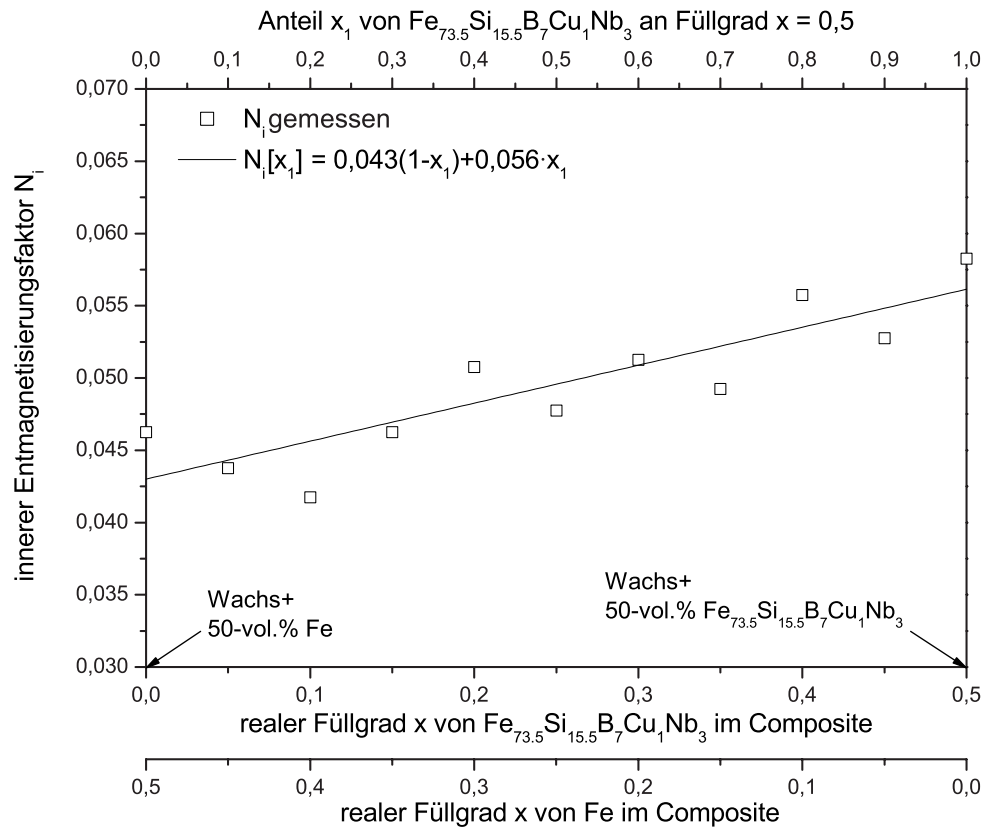


Abb. 4.17: Abhängigkeit des inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs-Compositen bei $x = 0,5$

benutzte Wachs eine höhere Fließfähigkeit als Polypropylen. Somit kann das irregulär geformte Reineisenprodukt ASC300 besser benetzt werden und kleinste Unebenheiten an der Partikeloberfläche werden aufgefüllt während beim Einsatz mit Polypropylen kleinste Luftblasen zurückbleiben können, trotz einer Herstellung der PP-Proben bei hohem Druck im Compression-Molding-Verfahren. Auf diese Weise kann durch den Einsatz von PP vermeintlich geringerer Füllgrad entstehen als mit dem eingesetzten Wachs. Die ermittelte Sättigungspolarisation von Wachs + ASC300 bei $x = 0,5$ stimmt gut mit der theoretischen Sättigungspolarisation überein, so dass der Füllgrad als korrekt angenommen werden kann. Allgemein kann dieser Verlauf durch Gleichung 4.5 beschrieben werden.

$$N_{i;x}[x_1] = N_{i;1} \cdot x_1 + N_{i;2} \cdot (1 - x_1) \quad (4.5)$$

4.2.5 Permeabilität

Großen Einfluss haben die Größenordnungen der letzten drei dargestellten Eigenschaften (Polarisation, Feldstärke und innerer Entmagnetisierungsfaktor) auf die Permeabilität. Wie Abbildung 4.18 zeigt, nimmt die Permeabilität mit steigendem Anteil von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ im Composite ab. Der Verlauf scheint in Abb. 4.18 linear, ist aber in Wirklichkeit ein Ergebnis aus der Veränderung der Polarisation, Feldstärke und des inneren Entmagnetisierungsfaktors. Auf den ersten Blick mag das Absinken der Permea-

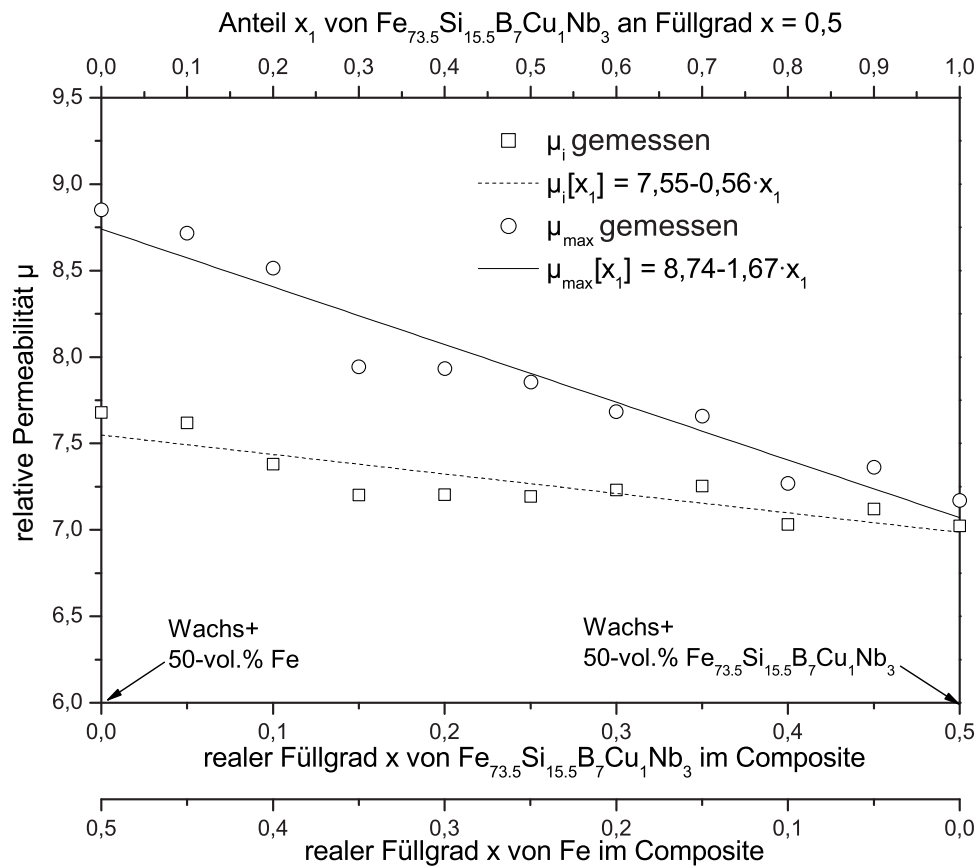


Abb. 4.18: Abhängigkeit der Permeabilität μ_{\max} und μ_i von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs-Compositen bei $x = 0,5$ und $f = 1\text{Hz}$

bilität erstaunlich erscheinen, da das nanokristalline $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ eine um 100 Größenordnungen höhere Permeabilität als Eisen besitzen kann, bei genauer Betrachtung allerdings nachzuvollziehen ist.

Die Permeabilität eines weichmagnetischen Vollmaterials bestimmt sich aus dem Verhältnis von Polarisation zu Feldstärke. Das nanokristalline $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ besitzt eine

Polarisation bei Maximalpermeabilität $J_{\mu_{max}} \approx 0,6T$ bei einer Feldstärke $H_{\mu_{max}} \approx 0,5A/m$ [65]. Zu sehen ist, dass die hohe Permeabilität auf die geringe Feldstärke zurückzuführen ist, bei der die Polarisation bei Maximalpermeabilität erreicht ist. Reineisen dagegen besitzt eine Polarisation $J_{\mu_{max}} \approx 0,9T$ bei einer Feldstärke $H_{\mu_{max}} \approx 15-30A/m$ [1]. Eine so hohe Permeabilität wie in nanokristallinem $Fe_{73.5}Si_{15.5}B_7Cu_1Nb_3$ kann trotz größerer Polarisation aber aufgrund der wesentlich höheren Feldstärke nicht erreicht werden.

Im Fall von weichmagnetisch gefüllten Polymeren wird das angelegte magnetische Feld durch innere entmagnetisierende Felder verringert, so dass angelegte Feld wesentlich erhöht werden muss, um die gleiche Polarisation zu erreichen wie es ohne innere entmagnetisierende Felder der Fall wäre. Nun wird also die Permeabilität maßgeblich durch die Polarisation $J_{\mu_{max}}$ und dem angelegten Feld H_0 , dass nötig ist um die entmagnetisierenden Felder auszugleichen — also $H_0 = H_i + N_i J / \mu_0$ — bestimmt.

Um dies weiter zu verdeutlichen wurde eine Beispielrechnung mit den bereits genannten J - und H -Werten für die Vollmaterialien Fe und $Fe_{73.5}Si_{15.5}B_7Cu_1Nb_3$ durchgeführt und zusammenfassend in Tabelle 4.1 dargestellt. Während für die Ausgangsmaterialien ein Verhältnis von 50 : 1 der Permeabilität μ_{max} für $Fe_{73.5}Si_{15.5}B_7Cu_1Nb_3$: Fe besteht, beträgt dieses Verhältnis ab einem Entmagnetisierungsfaktor $N_i \leq 0,0065$ ungefähr 1 : 1 .

Die Feldstärke $H_{\mu_{max}}$ wird durch entmagnetisierende Felder zu einer höheren Feldstärke $H_{\mu_{max}}^{+N}$ verschoben. Für einen Entmagnetisierungsfaktor $N = 0,0065$ beträgt der Anteil der ursprünglichen Feldstärke $H_{\mu_{max}}$ an der neuen Feldstärke $H_{\mu_{max}}^{+N}$ für $Fe_{73.5}Si_{15.5}B_7Cu_1Nb_3$ ca. 1/7800 und für Fe ca. 1/150 und ist somit vernachlässigbar.

Für die hier experimentell ausgewerteten Materialgemische bei $x = 0,5$ bedeutet dies, dass durch die größere Scherung der Hysteresekurve vom $Fe_{73.5}Si_{15.5}B_7Cu_1Nb_3$ –PBSMC die effektive Permeabilität geringer ist als in einem ASC300–Composite.

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Materialmischung im Prinzip geeignet ist um die magnetischen Eigenschaften eines PBSMC zu optimieren. Bei dem Grenzwert des Mischungsverhältnisses der weichmagnetischen Partikel $x_{1,g}$ ist die Koerzitivfeldstärke noch ungefähr beim Wert des magnetisch weichen Materials, die Sättigungspolarisation aber schon erhöht. Allerdings wird die Permeabilität eines PBSMC stark durch den inneren Entmagnetisierungsfaktor beeinflusst, was den Optimierungseffekt verringern kann.

Tab. 4.1: Beispielrechnung zur Veränderung der Permeabilität durch den inneren Entmagnetisierungsfaktor $N_i = 0,0065$

	Fe _{73.5} Si _{15.5} B ₇ Cu ₁ Nb ₃	Fe
$J_{\mu_{max}}$	0,6T	0,9T
$H_{\mu_{max}}$	0,4A/m	30A/m
μ_{max}	1193663,07	23874,24
Verhältnis μ_{max}	50	1
$J_{\mu_{max}}$	0,6T	0,9T
$H_{\mu_{max}}^{+N} = H_{\mu_{max}} + N_i J / \mu_0$	3103,92A/m	4685,28A/m
μ_{max}	154,83	153,86
Verhältnis μ_{max}	1,006	1

4.3 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit von der Partikelgröße

Die Bestimmung der Abhängigkeit magnetischer Eigenschaften von der Partikelgröße wurde an Siebfractionen von Eisenpartikeln (ASC100.29) durchgeführt. Partikelgrößen \bar{d} von $30\mu m$, $51.5\mu m$, $71.5\mu m$, $90\mu m$, $112.5\mu m$, $132.5\mu m$ und $170\mu m$ mit Partikelgrößenverteilung von $\bar{d} \pm 10\mu m$ wurden erstellt.

4.3.1 Verluste

Die Gesamtverluste P für Frequenzen $1Hz \leq f \leq 100Hz$ sind in Abbildung 4.19(a) dargestellt. Die Gesamtverluste steigen linear mit dem inversen Partikeldurchmesser $1/d$ an. Abgesehen von der Messung bei einer Frequenz $f = 1Hz$ (bedingt durch Messungenauigkeiten bei der geringen Frequenz) ist die Steigung $\Delta P \approx 850J/m^3$ für alle Frequenzen ungefähr gleich. Die statischen Verluste P_h , bei einer Frequenz $f \rightarrow 0Hz$, steigen dagegen mit $\Delta P_h = 514,8J/m^3$ an. Dies bedeutet, dass sowohl die statische Verlustleistung, als auch die dynamische Verlustleistung mit Verringerung des Partikeldurchmessers ansteigt. Der Anstieg der dynamischen Verluste beruht auf einem starken Anstieg der anomalen Verluste mit Verringerung des Partikeldurchmessers \bar{d} . Die klassischen Verluste dagegen

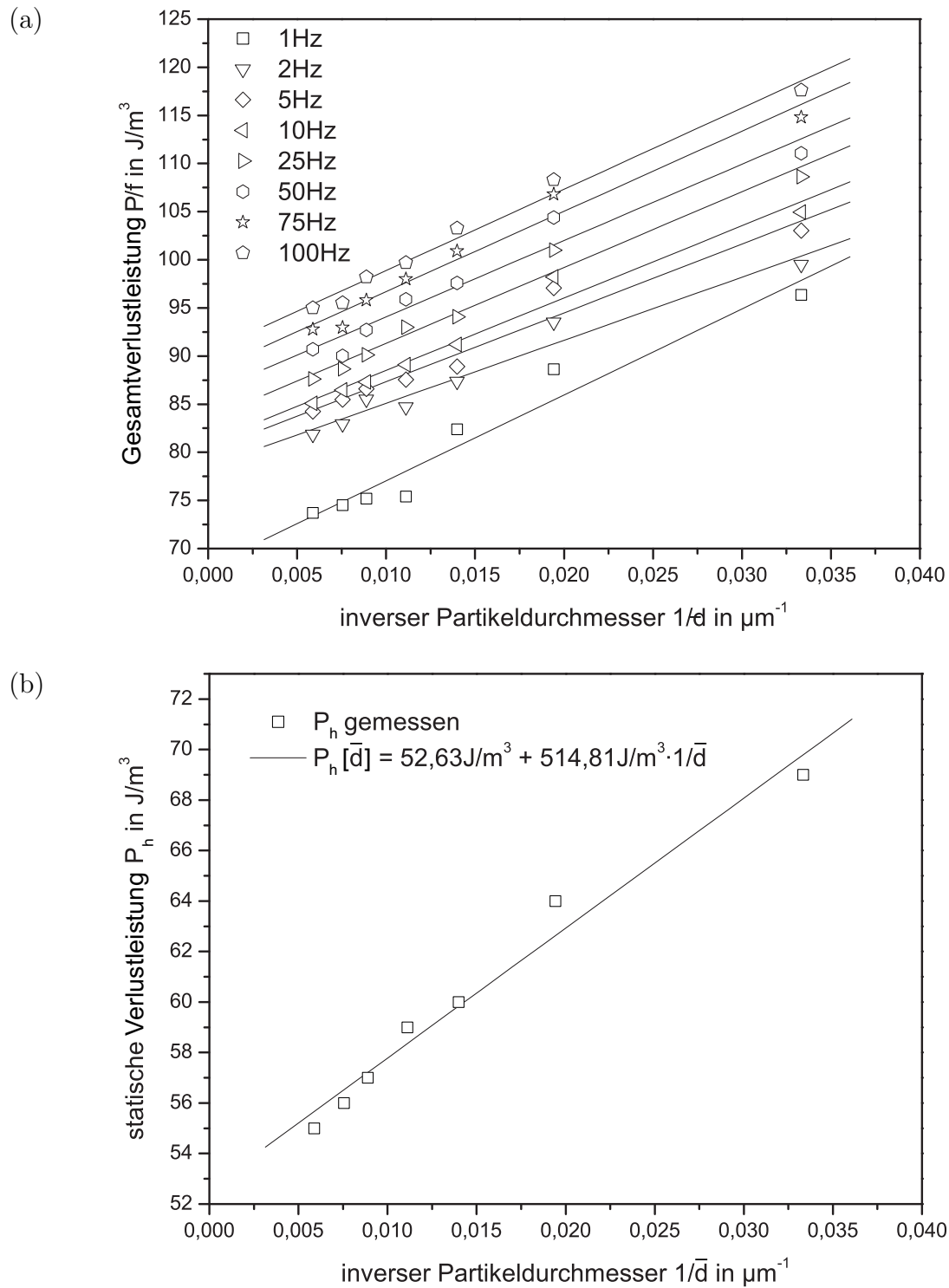


Abb. 4.19: (a) Gesamtverluste P von Fe–Wachs–Compositen in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisation $J_0 = 0,15T$;
 (b) Statische Verluste P_h von Fe–Wachs–Compositen in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisation $J_0 = 0,15T$

4.3 Magnetische Eigenschaften in Abhängigkeit von der Partikelgröße

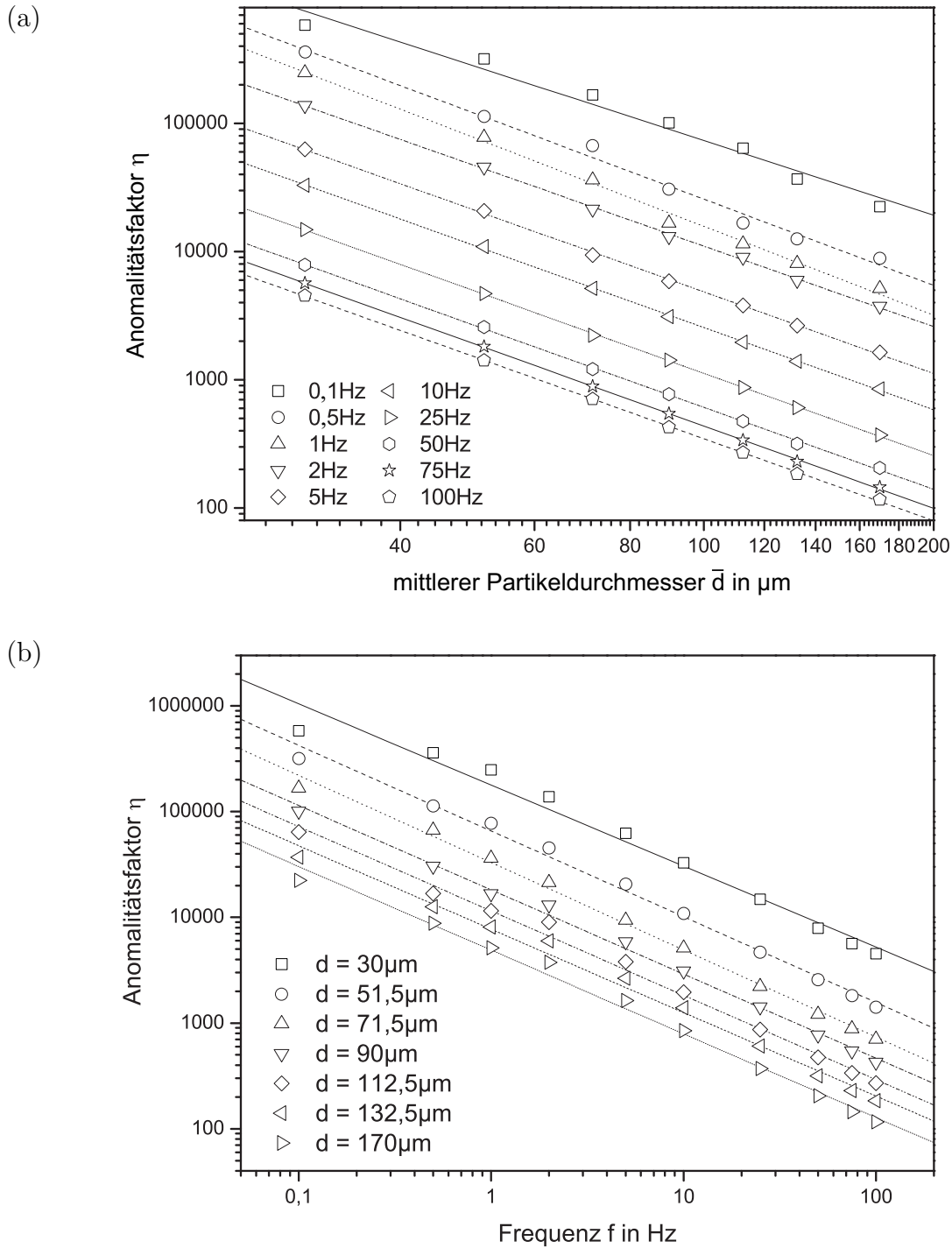


Abb. 4.20: (a) Anomalitätsfaktor η von Fe–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Partikelgröße \bar{d} bei einer Polarisation $J_0 = 0,15T$ aus [88] in logarithmische Skalierung;
 (b) Anomalitätsfaktor η von Fe–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation $J_0 = 0,15T$

werden mit Verkleinerung des Partikeldurchmessers verringert (siehe Gl. 2.3).

Die Beeinflussung durch die Partikelgröße spiegelt sich somit auch im Anomalitätsfaktor η wieder. Dargestellt in Abbildung 4.20(a) aus [88] sind Messungen von Sasolwax 7583 gefüllt mit FeCoV-Partikeln. η zeigt die Abhängigkeit $\eta = \eta_f \cdot \left(\frac{\bar{d}}{d_0}\right)^y$ mit $y = -2,13$ und einer Frequenzabhängigkeit von $\eta_f = \left(\frac{f}{f_0}\right)^{-0,8} \cdot 10^{8,4}$ (dargestellt in Abb. 4.20(b)). Daraus lässt sich wiederum ableiten, dass der Anteil der anomalen Verluste an den dynamischen Verlusten mit Erhöhung der Partikeldurchmesser und Erhöhung der Ummagnetisierungsfrequenz verringert wird, bzw. mit Verringerung der Partikeldurchmesser \bar{d} erhöht wird, wie bereits vermutet wurde.

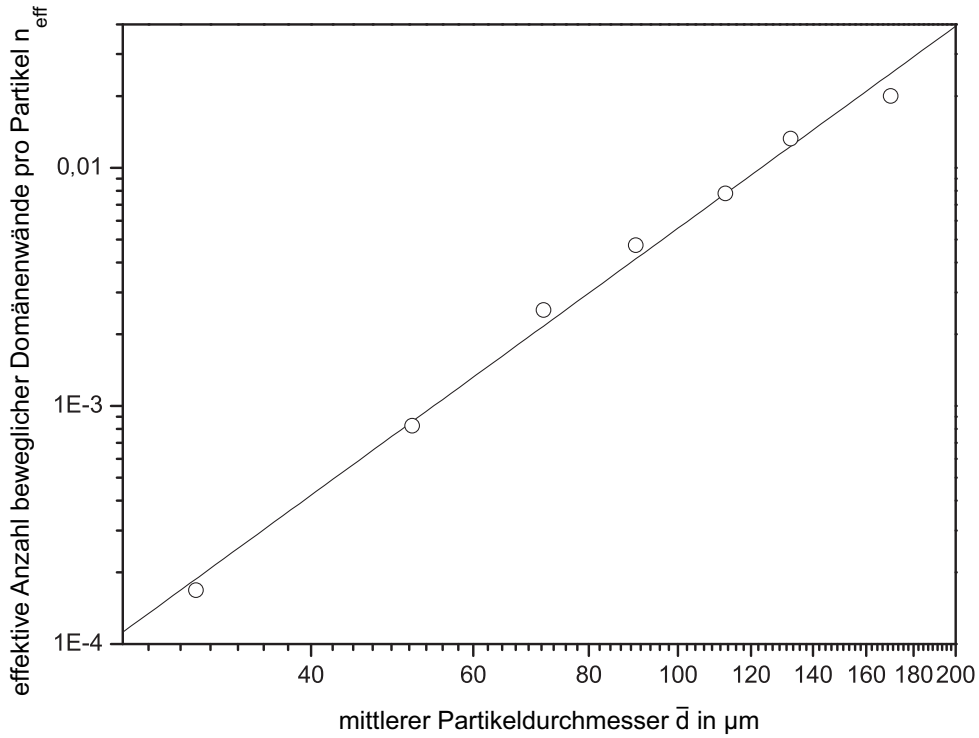


Abb. 4.21: Effektive Anzahl beweglicher Domänenwände n_{eff} in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$ und einem Überschussfeld $H_{\text{exc}} = 100A/m$ aus [88] in logarithmische Skalierung

In Abbildung 4.21 aus [88] ist die Abhängigkeit der effektiven Anzahl der Domänenwände n_{eff} pro Partikel in Abhängigkeit von der Partikelgröße dargestellt. Sie folgt der Funktion $n_{\text{eff}} = n_{\text{eff};0} \cdot \left(\frac{\bar{d}}{d_0}\right)^y$ mit $y = 2,82$ und $n_{\text{eff};0} = 10^{-8}$. Die Messungen wurden bei einem beliebig herausgegriffenem Überschussfeld H_{exc} verglichen, zeigen aber bei anderswertigen

Überschussfeldern H_{exc} die gleiche lineare Abhängigkeit. Zu erkennen ist, dass für kleinere Partikel die effektive Anzahl beweglicher Domänenwände n_{eff} kleiner ist im Vergleich zu größeren Partikeln. Ein Compositematerial gefüllt mit kleineren Partikeln enthält eine höhere Anzahl an Defekten und Partikelgrenzen, an denen Domänenwände angeheftet sein können, was zu weniger beweglichen Domänenwänden führt. Dieselbe Menge an magnetischem Material ist in kleinere, teilweise isolierte Abschnitte unterteilt und somit benötigt ein PBSMC mit kleineren Partikeln mehr Energie um den gleichen Ummagnetisierungsprozess wie ein PBSMC mit größeren Partikeln durchzuführen.

4.3.2 Feldstärke

Abbildung 4.22 aus [88] zeigt die Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke vom Partikeldurchmesser \bar{d} . Zu sehen ist eine linear erhöhte Koerzitivfeldstärke mit verringertem inversen Partikeldurchmesser $1/\bar{d}$, der Funktion $H_c[\bar{d}] = 2695,4A/m \cdot 1/\bar{d} + 387,5A/m$ folgend.

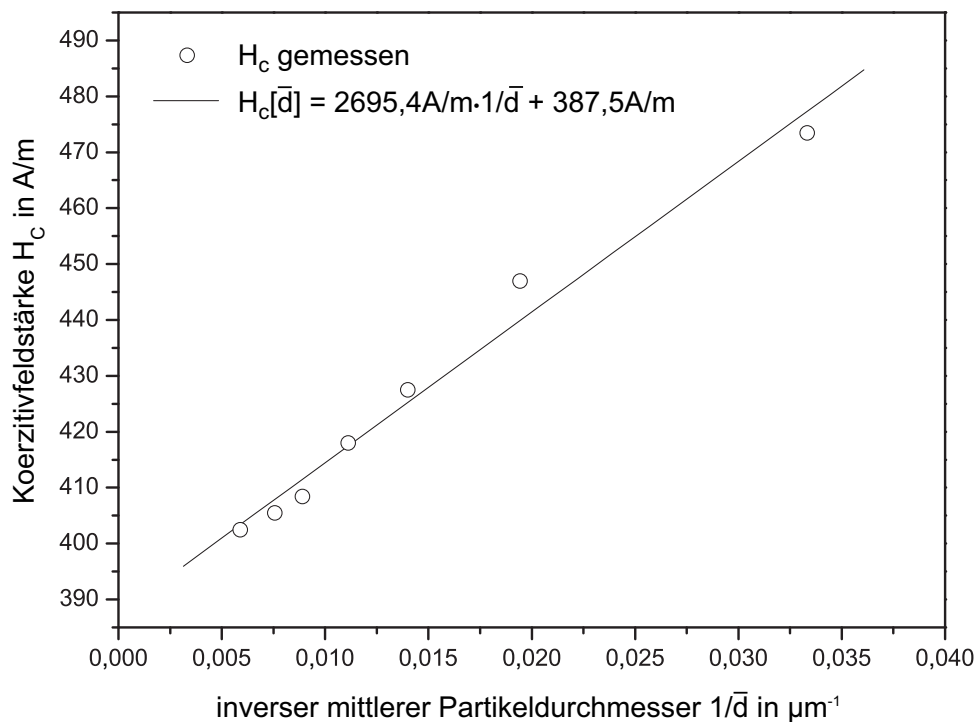


Abb. 4.22: Koerzitivfeldstärke H_c von Fe–Wachs–Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der inversen Partikelgröße $1/\bar{d}$ aus [88]

Dies kann dadurch erklärt werden, dass kleinere Partikel im Vergleich zu größeren Par-

tikeln ein ungünstigeres *Oberfläche : Volumen* Verhältnis zeigen, was eine höhere Koerzitivfeldstärke begünstigt. Zusätzlich besitzt ein Composite mit kleineren Partikeln eine erhöhte Anzahl an Partikeln, und somit an Partikelgrenzen und Anzahl an Defekten, die den Magnetisierungsprozess erschweren und an denen Domänenwände angehaftet sein können.

4.3.3 Permeabilität

Die Partikelgrößenabhängigkeit der Permeabilität ist in Abbildung 4.23 aus [88] dargestellt. Die Messwerte wurden um den inneren Entmagnetisierungsfaktor korrigiert, um den Einfluss von entmagnetisierenden Feldern im Inneren der PBSMCs auf die Permeabilität zu eliminieren und nur die eigentlichen Eigenschaftsveränderungen der weichmagnetischen Partikel durch Änderung der Partikelgröße darzustellen.

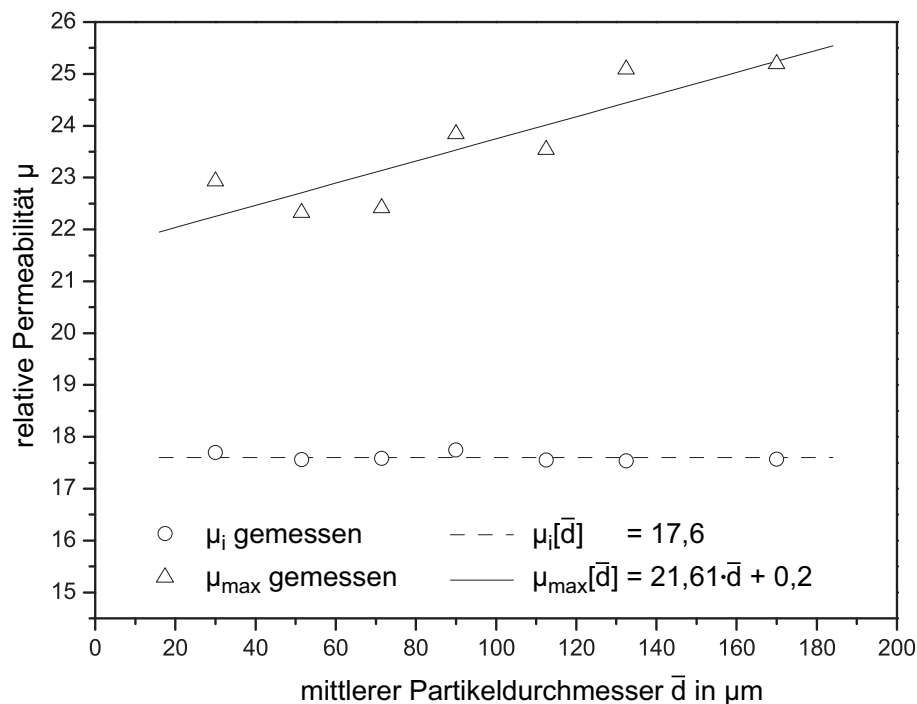


Abb. 4.23: Permeabilität μ von Fe–Wachs–Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Partikelgröße \bar{d} aus [88]

Zu sehen ist, dass die Maximalpermeabilität μ_{\max} mit Vergrößerung des Partikeldurchmessers von 22,3 bis auf 25,2 erhöht wird. Obwohl die Messwerte streuen, möglicherweise hervorgerufen durch geringe Abweichungen vom eingestellten Füllgrad, kann eine lineare Abhängigkeit in Form der Funktion $\mu[\bar{d}] = 0,02 \cdot \bar{d} + 21,61$ festgestellt werden. Krause [89]

erklärt dies mit einer möglichen Spannungsanisotropie durch die Herstellung im Pressverfahren. Allerdings kann dies bei eigenen Probenherstellungen ausgeschlossen werden.

Die Startpermeabilität μ_i dagegen zeigt keine Veränderung mit variierendem Partikeldurchmesser und bleibt konstant bei 17,6. Da das magnetische Feld bei der jeweiligen Startpermeabilität um den Entmagnetisierungsfaktor korrigiert wurde zeigt sich, dass die Startpermeabilität nur vom durch unterschiedliche Partikelgrößen veränderten entmagnetisierendem Feld abhängt, während die Maximalpermeabilität vom inneren entmagnetisierenden Feld und die durch den Partikeldurchmesser veränderten magnetischen Eigenschaften innerhalb der Partikel abhängt. In weiteren Versuchen wurde ebenfalls

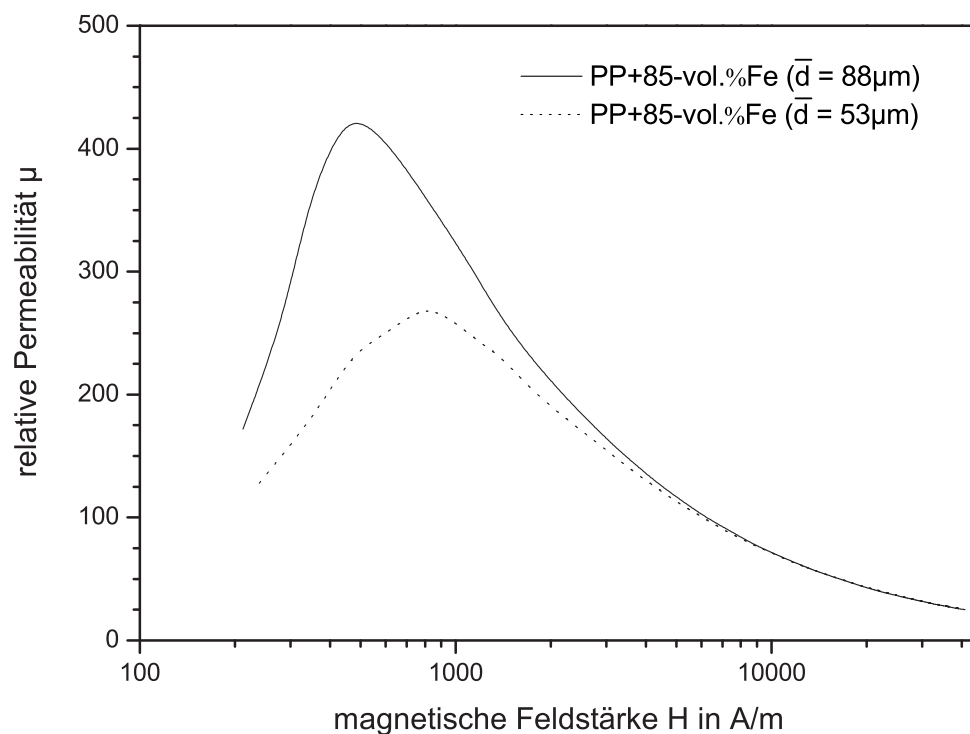


Abb. 4.24: Abhängigkeit der Permeabilität μ von der magnetischen Feldstärke H für PP+85-vol.%Fe-PBSMCs mit Partikelgrößen von $\bar{d} = 88\mu m$ und $\bar{d} = 53\mu m$ aus [79]

die Abhängigkeit der Permeabilität von der Partikelgröße untersucht. Versuchsmaterialien waren hier die Polypropylen-Composite mit 85-vol.% Anteil der Reineisenprodukte ASC100.29 und ASC300, die sich nur in der Partikelgröße unterscheiden. Wie in Abbildung 4.24 zu sehen ist, liegt die Permeabilität bei geringem magnetischem Feld, beziehungsweise Maximalpermeabilität für ASC300 ($\bar{d} = 53\mu m$) bei $\mu_{low} = 128$ und $\mu_{max} = 258$;

für ASC100.29 ($\bar{d} = 88\mu m$) bei $\mu_{low} = 128$ und $\mu_{max} = 428$ [79]. Auch zeigt sich, dass die Maximalpermeabilität des PP-Fe-Composites mit größerem Partikeldurchmesser bei einer kleineren magnetischen Feldstärke erreicht wird ($471A/m$) im Vergleich zu kleineren Partikeln ($832A/m$), was auf ein geringeres entmagnetisierendes Feld zurückzuführen ist.

4.3.4 Innerer Entmagnetisierungsfaktor

In Abbildung 4.25 ist die Abhängigkeit des inneren Entmagnetisierungsfaktors von der Partikelgröße dargestellt. Er zeigt eine negative lineare Steigung von $N_i = 0,056$ für $\bar{d} = 30\mu m$ bis $N_i = 0,020$ für eine Partikelgröße $\bar{d} = 170\mu m$. Mit größerem Partikeldurchmesser sinkt die Anzahl der Partikel im Composite (bei konstantem Füllgrad), was eine geringere Anzahl an Lücken zwischen den weichmagnetischen Partikeln zur Folge hat und somit in einem geringeren Entmagnetisierungsfaktor resultiert. Mit geringerem Entmagnetisierungsfaktor ist der Winkel α der Hysteresekurve geringer, was in einer größeren Steigung der Selbigen resultiert und somit in höheren Compositepermeabilitäten [88].

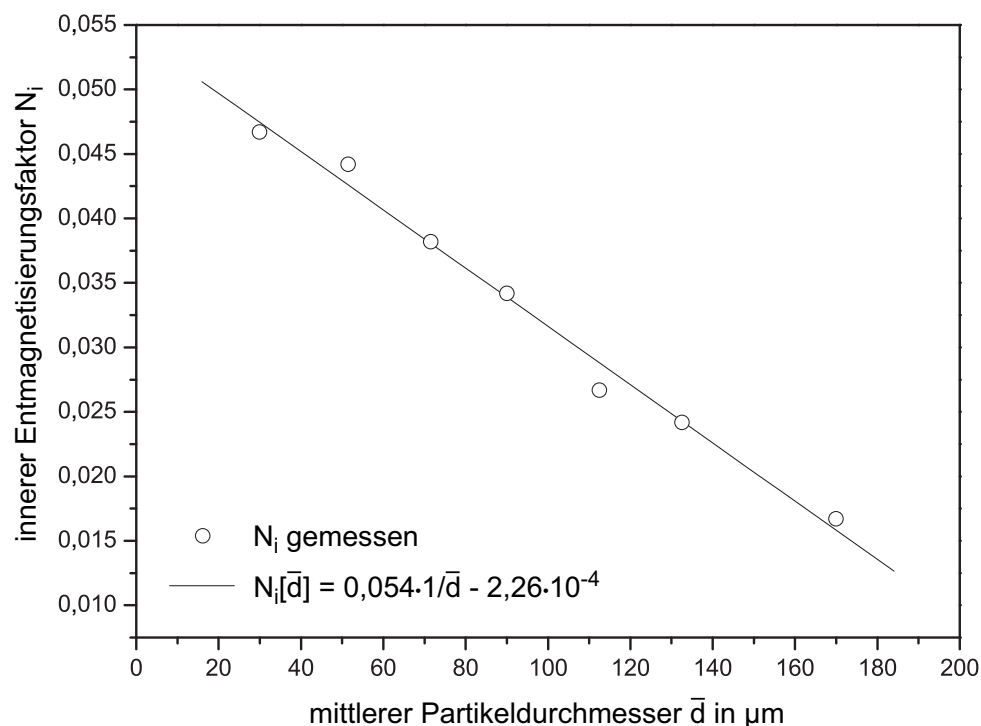


Abb. 4.25: Innerer Entmagnetisierungsfaktor N_i in Fe-Wachs-Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} aus [88]

4.4 Änderung der magnetischen Eigenschaften durch Partikelausrichtung

4.4.1 Verluste

Verlustmessungen zeigen, dass bei kleinen Ummagnetisierungsfrequenzen $f < 50\text{Hz}$ eine Partikelausrichtung vernachlässigbaren Einfluss auf Ummagnetisierungsverluste hat [90], wie in Abbildung 4.26 dargestellt ist. Das Verhältnis der Verluste vor und nach einer Aus-

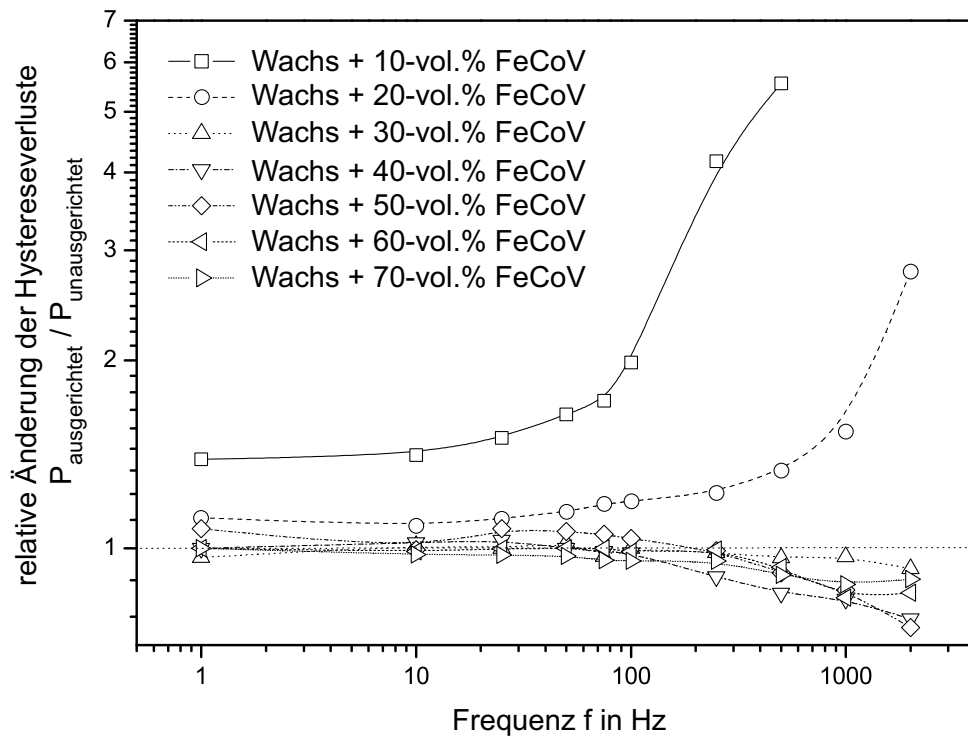


Abb. 4.26: Relative Änderung der Ummagnetisierungsverluste P in unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen in Abhängigkeit von Frequenz f [90]

richtung ist über das gesamte Polarisationspektrum konstant, mit Abweichungen für sehr kleine Polarisierungen als Folge von Messungenauigkeiten. Eine deutliche Änderung der relativen Verlustverhältnisse kann für Frequenzen $f > 50\text{Hz}$ beobachtet werden. Erstaunlich ist, dass für Füllgrade $x \leq 0,3$ Verluste durch eine Ausrichtung nicht verringert sondern erhöht werden. Eine mögliche Erklärung ist, dass für ein PBSMC mit einem Füllstoffanteil kleiner als 30-vol.% eine Entmischung der Partikel im geschmolzenen Wachs stattfinden kann, was die klassischen Verluste durch veränderte Partikelkonzentrationen und verän-

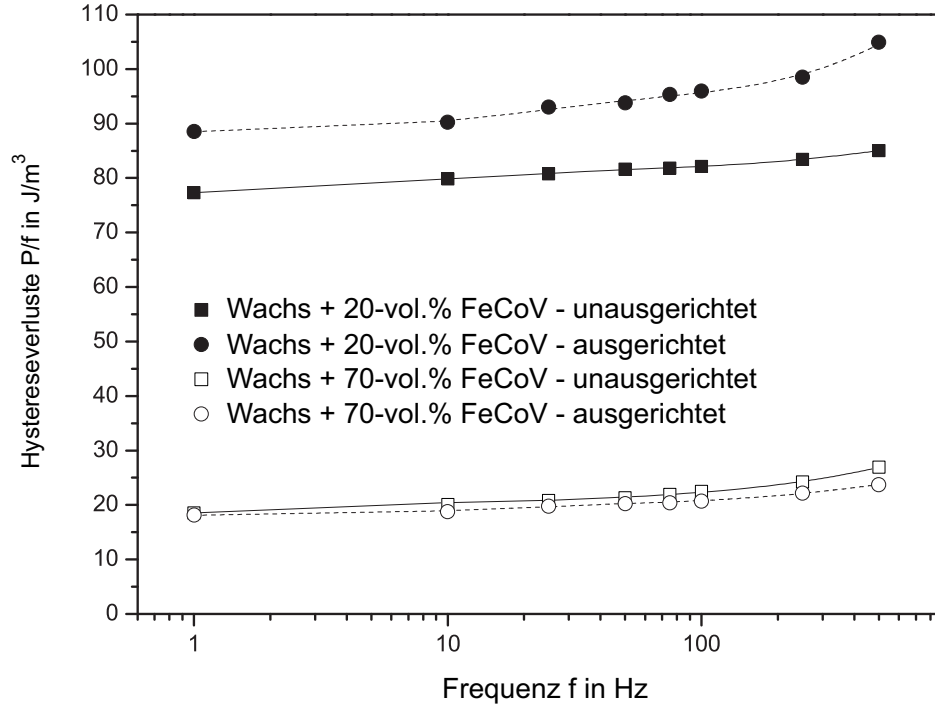


Abb. 4.27: Absolute Ummagnetisierungsverluste in unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,2$ und $x = 0,7$ in Abhängigkeit von Frequenz f gemessen bei einer Polarisation $J_0 = 0,05T$ [90]

derte elektrische Leitfähigkeiten partiell beeinflusst.

Ab einem Füllgrad von $x = 0,3$ ist die Packungsdichte der Partikel hoch genug um eine Migration zu verhindern. Die relativ kleinen Veränderungen der Verluste über die Frequenz untermauert diese Vermutung [90].

Die maximale Verringerung der relativen Verluste ($P_{ausgerichtet} / P_{unausgerichtet}$) kann bei einem Füllgrad von $x = 50\text{-vol.}\%$ mit einem Wert von 0,8 beobachtet werden. Absolute Verluste sind in Abbildung 4.27 dargestellt und sollen nur einen Vergleich zur besseren Übersicht bieten.

4.4.2 Permeabilität

Die Maximal- und Startpermeabilität (μ_{max} und μ_i) eines PBSMC mit statistisch und uniaxial ausgerichteten Partikeln ist in Abb. 4.28(a) aus [90] dargestellt. Für alle Füllgrade liegen die Permeabilitätswerte von ausgerichteten Partikeln höher als für unausgerichtete.

4.4 Änderung der magnetischen Eigenschaften durch Partikelausrichtung

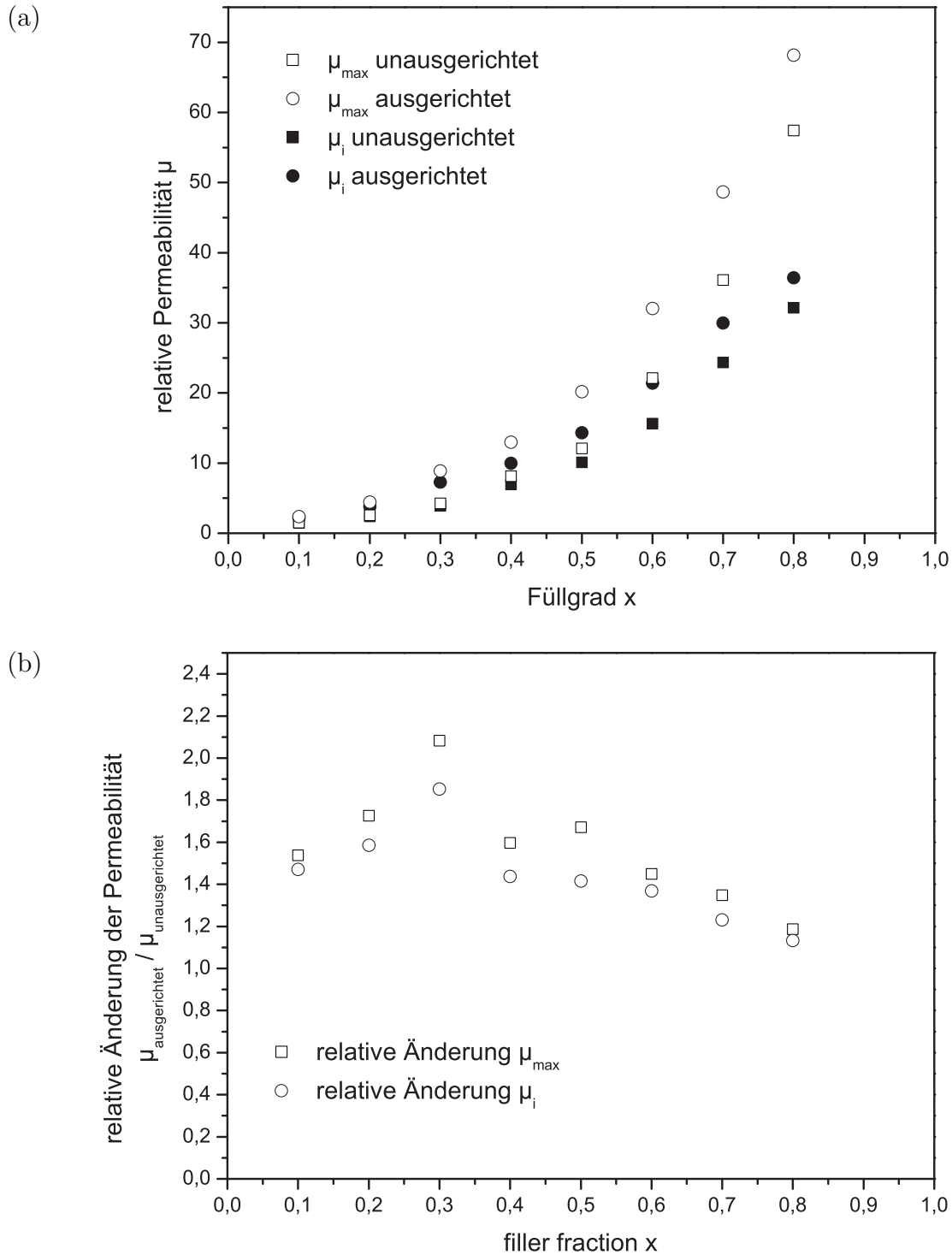


Abb. 4.28: (a) Maximal- μ_{\max} und Startpermeabilität μ_i von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen abhängig vom Füllgrad x [90];
 (b) Relative Änderung der Permeabilität μ von unausgerichteten zu ausgerichteten FeCoV–Partikeln in Wachsmatrix abhängig vom Füllgrad x [90]

Die Werte für die Maximalpermeabilität (beziehungsweise der Startpermeabilität) reichen von $\mu_{max} = 1,53$ ($\mu_i = 1,48$) in unausgerichteten Proben und $\mu_{max} = 2,36$ ($\mu_i = 2,18$) in ausgerichteten Proben für einen Füllgrad von $x = 0,1$ bis $\mu_{max} = 57,42$ ($\mu_i = 32,15$) in unausgerichteten Proben und $\mu_{max} = 68,2$ ($\mu_i = 36,43$) ausgerichteten Proben für $x = 0,8$. Die relative Änderung $\mu_{ausgerichtet} / \mu_{unausgerichtet}$ ist in Abbildung 4.28(b) aus [90] dargestellt. Zu sehen ist, dass die größte relative Erhöhung bei einem Füllgrad von $x = 0,3$ angesiedelt ist, und somit ungefähr bei der Perkolationsschwelle liegt. Über diesem Wert kann immer noch eine Erhöhung festgestellt werden. Eine Ausrichtung der Partikel wird allerdings durch Reibung zwischen Partikeln gemindert. Weiterhin vermindern verstärkt auftretende Kontakte zwischen den Partikeln den Effekt der Partikelausrichtung da durch Agglomeratbildung bereits die Permeabilität erhöht wird.

4.4.3 Innerer Entmagnetisierungsfaktor

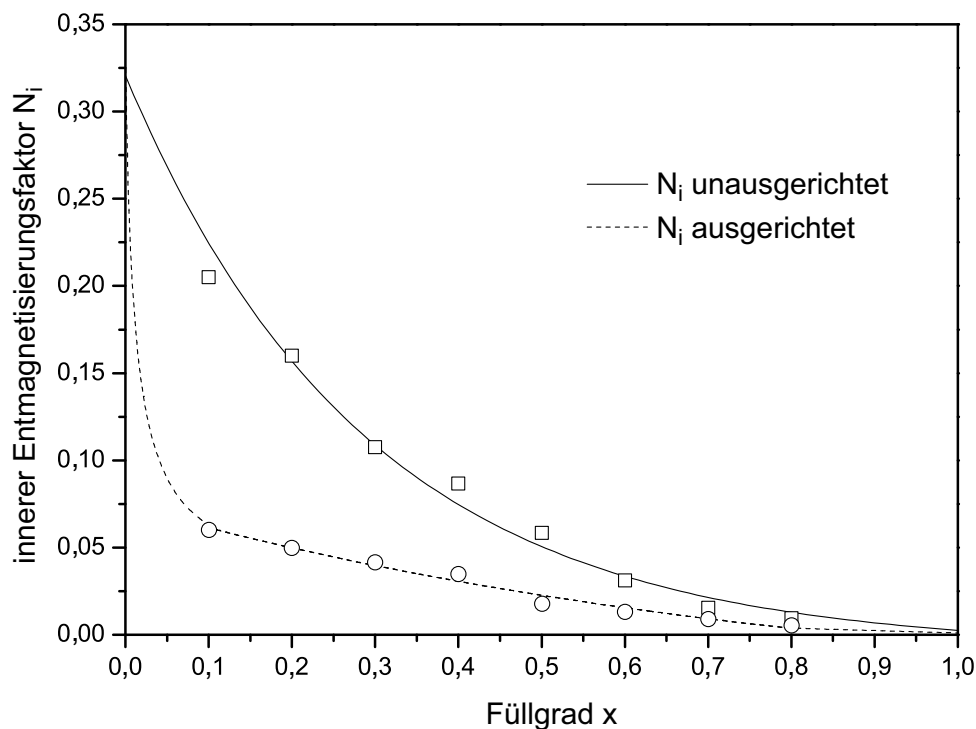


Abb. 4.29: Vergleich des inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV-Partikeln in Wachsmatrix in Abhängigkeit vom Füllgrad x [90]

4.4 Änderung der magnetischen Eigenschaften durch Partikelausrichtung

In Abbildung 4.29 kann ein Vergleich zwischen dem inneren Entmagnetisierungsfaktor für ein Composite, gefüllt mit FeCoV-Partikeln in unausgerichtetem und ausgerichtetem Zustand gesehen werden.

Die statistisch ausgerichteten Partikel zeigen einen Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors über Füllgrad x für sphärische Partikel, wie bereits in Abschnitt 4.1.5 beschrieben. Im Gegensatz dazu zeigen die uniaxial ausgerichteten Partikel einen signifikant geringeren Entmagnetisierungsfaktor. Durch die Partikelausrichtung entsteht ein kürzerer magnetischer Pfad, der der leichten Achse der Magnetisierung folgt. Zu beachten ist, dass die leichte magnetische Richtung eines Partikels die mittlere leichte Richtung aller Kristallite im Partikel darstellt. Auf diese Weise wird er Winkel α der Hysteresekurve für Composite mit ausgerichteten Partikeln kleiner als für statistisch ausgerichtete (dargestellt in Abb. 4.30), was in einer höheren Permeabilität resultiert. Bei einem Füllgrad von $x \rightarrow 0$ wird allerdings der innere Entmagnetisierungsfaktor theoretisch auch $N_i = 1/3$ wie in Abbildung 4.29 mit der gestrichelten Linie angedeutet ist [90].

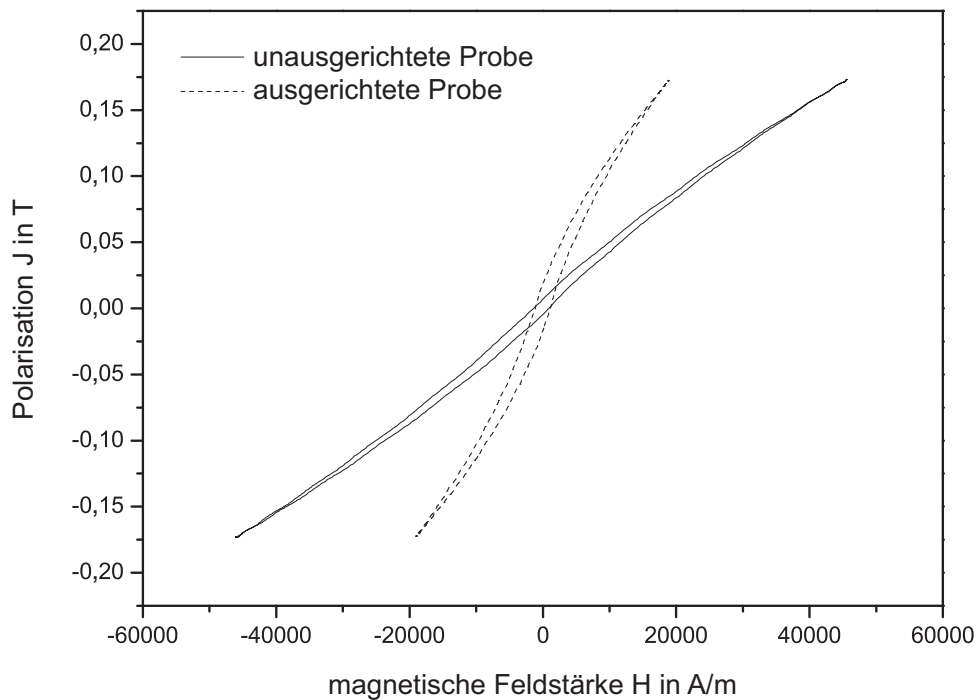


Abb. 4.30: Vergleich der Hysteresekurven von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV-Partikeln in Wachsmatrix bei einem Füllgrad $x = 0,3$ und einer Polarisation $J_0 = 0,172T$ [90]

4.5 Bestimmung der effektiven Permeabilität eines PBSMC

Aus den Ergebnissen der vorgestellten Messungen ist es nun möglich die Permeabilität eines PBSMC bei einem bestimmten Füllgrad unter Kenntnis der Materialparameter vorauszusagen.

Bekannt ist, dass die Permeabilität eines Vollmaterials sich aus der Polarisation J , Feldstärke H und der Permeabilitätskonstanten $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ berechnen lässt (Gl. 4.6).

$$\mu = \frac{J}{H} / \mu_0 + 1 \quad (4.6)$$

Gezeigt wurde in Abschnitt 4.1.2 und 4.1.3 dass sowohl Polarisation als auch Koerzitivfeldstärke in einem PBSMC vom Füllgrad abhängig sind. Für eine ungescherte Hysteresekurve gilt Gl. 4.7.

$$\mu[x] = \frac{J[x]}{H[x]} / \mu_0 + 1 \quad (4.7)$$

mit $J[x] = Jx$ bei $H[x] = H/x$.

Formel 4.7 zeigt, dass die Permeabilität in dieser Form in einer quadratischen Abhängigkeit vom Füllgrad steht.

Da bekannt ist, dass das angelegte Feld durch den inneren Entmagnetisierungsfaktor N_i reduziert wird, muss das real angelegte äußere magnetische Feld H bei Polarisation J folgendermaßen berechnet werden:

$$H[x, N_i] = \frac{H}{x} + \frac{N_i J x}{\mu_0} \quad (4.8)$$

Der Entmagnetisierungsfaktor N_i berechnet sich in diesem Fall aus dem Entmagnetisierungsfaktor bezogen auf den Füllgrad x , umgerechnet auf das Gesamtvolumen des Composites:

$$N_i = \frac{N_i[x]}{x} \quad (4.9)$$

Somit gilt Gl. 4.10:

$$\begin{aligned} \mu[x] &= \frac{Jx}{\frac{H}{x} + \left(\frac{N_i[x]}{x}\right) \frac{Jx}{\mu_0}} / \mu_0 + 1 \\ &= \frac{Jx^2}{H\mu_0(1 + \frac{N_i[x] \cdot xJ}{H\mu_0})} + 1 \end{aligned} \quad (4.10)$$

4.5 Bestimmung der effektiven Permeabilität eines PBSMC

Mit Gleichung 4.6 löst sich 4.10 folgendermaßen auf:

$$\mu[x] = \frac{x^2}{N_i[x] \cdot x + \frac{1}{\mu_p - 1}} + 1 \quad (4.11)$$

Der Verlauf des Entmagnetisierungsfaktors $N_i[x]$ ist vom Füllgrad x abhängig (siehe Abb. 4.13). Für sphärische Partikel kann man im Idealfall von einem Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors von $N_i = 1/3$ bis $N_i = 0$ ausgehen. Ein Vergleich von Messwerten sphärischer Partikel aus Abb. 4.13 mit dem theoretischen Modell von Mattei aus Gleichung 2.28 (Seite 20) zeigt eine gute Übereinstimmung (Abb. 4.31) [82].

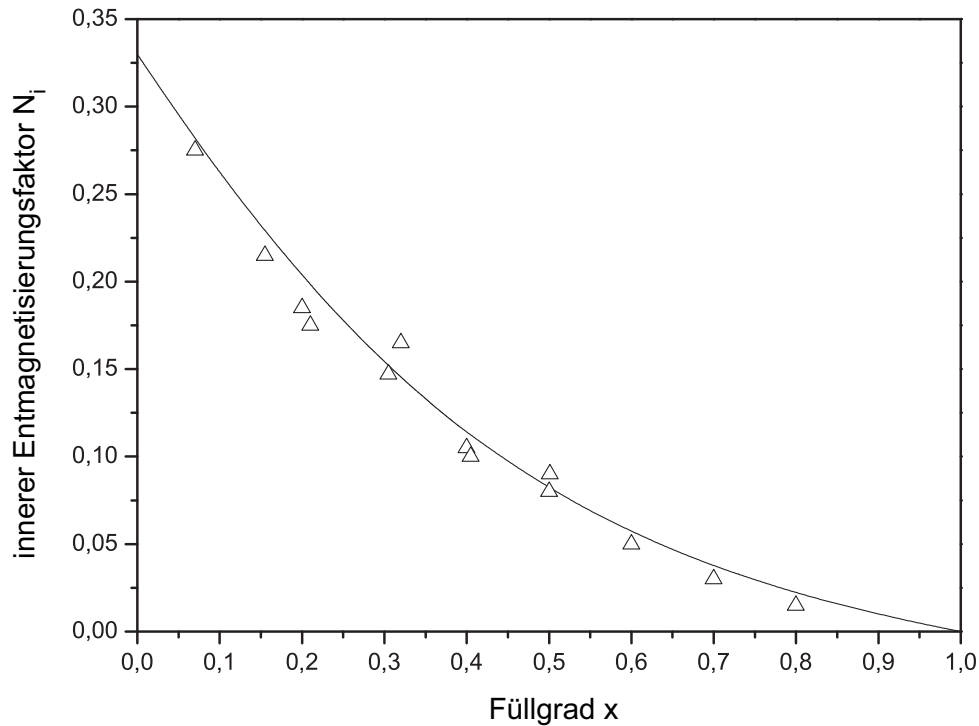


Abb. 4.31: Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors sphärischer Partikel aus Abbildung 4.13 gefittet mit Gl. 2.28 [82]

Da Gleichung 2.28 ursprünglich selbst aus der effektiven Permeabilität eines PBSMC berechnet wurde, wurde diese gefittet und entspricht Gleichung 4.12.

$$\begin{aligned} N_i[x] &= \frac{1}{3} \cdot e^{\left(-\frac{x}{0,434}\right)} - \frac{\frac{1}{3}}{10} \cdot x \\ &= N_p \cdot e^{\left(-\frac{x}{0,434}\right)} - \frac{N_p}{10} \cdot x \end{aligned} \quad (4.12)$$

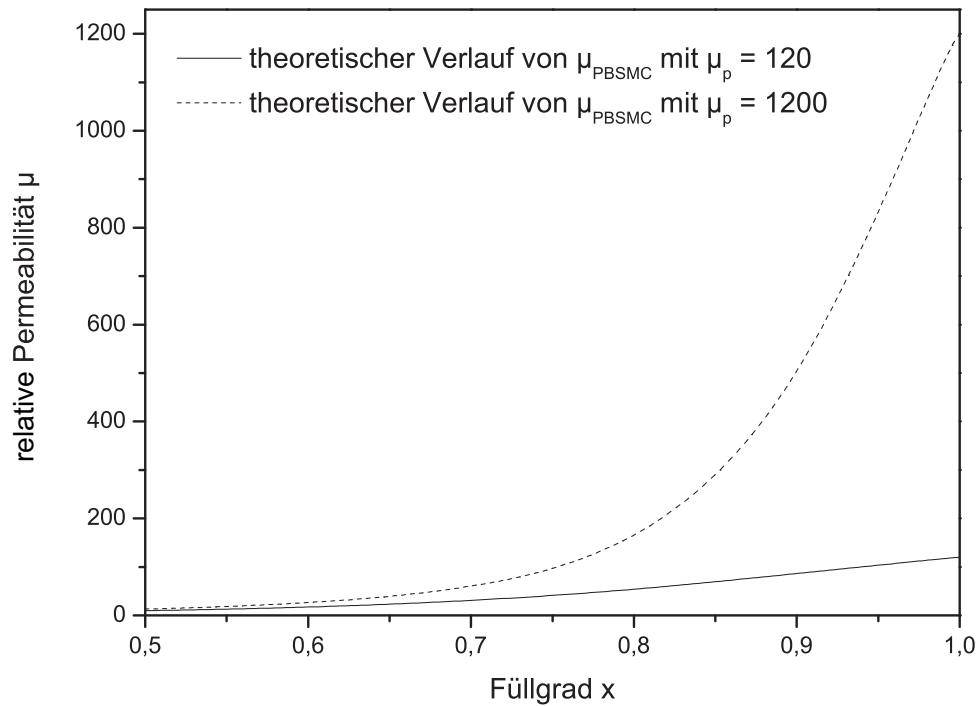


Abb. 4.32: Vergleich der mit $\mu_p = 120$ und $\mu_p = 1200$ berechneten Compositepermeabilitäten in Abhängigkeit vom Füllgrad für $x \geq 0,5$

Abbildung 4.32 zeigt einen Vergleich von mit Gl. 4.11 berechneten x -Permeabilitätsverläufen für $x \geq 0,5$ mit Füllstoffpermeabilitäten $\mu_p = 120$ und $\mu_p = 1200$.

Zu sehen ist, dass ein deutlicher Unterschied der Permeabilität für sehr hohe Füllgrade erwartet werden kann. Bei einem Füllgrad $x = 0,8$ ist $\mu_{0,8}^{\mu_p=120} = 86,3$ und $\mu_{0,8}^{\mu_p=1200} = 123,5$. Die Differenz ist bei weitem nicht eine Zehnerpotenz wie es bei den Ausgangspermeabilitäten der Partikel μ_p der Fall ist, sondern die Permeabilität wird nur um das 1,4-fache erhöht. Zurückzuführen ist dies auf die innere Entmagnetisierung, die die Hysteresekurve schert und somit hauptsächlich die Permeabilität bestimmt. Geht man von $\mu_p = 12000$ aus, dann ist $\mu_{0,8}^{\mu_p=12000} = 153,7$, was immer noch weniger als eine Verdopplung der Compositepermeabilität bei $x = 0,8$ bei gleichzeitiger Erhöhung von μ_p um zwei Zehnerpotenzen bedeutet. Besitzt das höherpermeable Material nun noch einen höheren Entmagnetisierungsfaktor (z.B. durch eine ungünstigere Partikelgrößenverteilung) wird der Effekt der Permeabilitätserhöhung im Composite ganz aufgehoben oder zumindest weiter verringert. Weiterhin ließ sich eine Abhängigkeit von der Partikelgröße beobachten (Abb. 4.25). Für den Bereich, wie er in Abbildung 4.25 dargestellt ist, kann die Partikelgrößenabhängig-

keit noch als linear angenommen werden. Allerdings muss bei genauerer Betrachtung eine Annäherung an einen Minimalwert des Entmagnetisierungsfaktors bei Vergrößerung des Partikeldurchmessers, beziehungsweise Maximalwert bei Verringerung des Partikeldurchmessers, einbezogen werden, da der innere Entmagnetisierungsfaktor weder unendlich groß noch negativ werden kann. Die Messungen aus Abbildung 4.25, sigmoidal gefittet und normiert, ergeben die Werte des normierten inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i^n , dargestellt in Abbildung 4.33. Der innere Entmagnetisierungsfaktor setzt sich nun zusammen

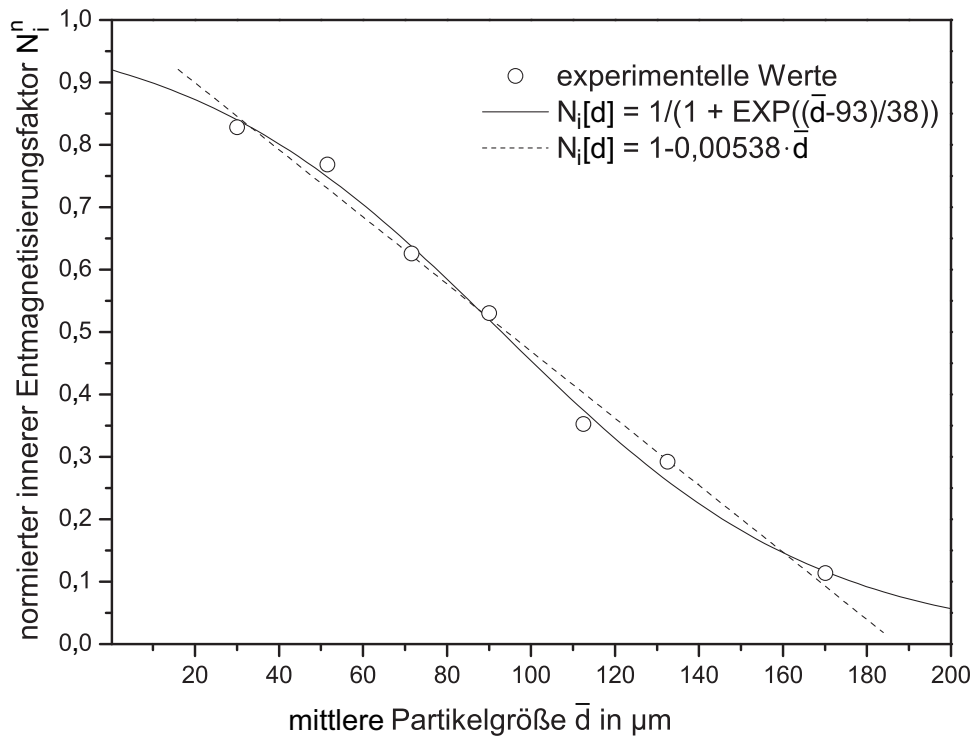


Abb. 4.33: Veränderung des normierten, inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i^n mit Änderung der Partikelgröße \bar{d}

aus einer Abhängigkeit von der Partikelform, Füllgrad und Partikelgröße.

$$N_i[x, p, d] = N_i[x, p] + N_i[x, p] \cdot N_i^n[d] \cdot x \quad (4.13)$$

Während sich die Einflüsse der Partikelform hauptsächlich nur auf geringe Füllgrade auswirken, und somit nur im Bereich von geringen Permeabilitäten, zeigt die Partikelgröße größeren Einfluss auf die Permeabilität durch nur geringe Änderungen des Entmagnetisierungsfaktors bei hohen Füllgraden. Ab einem durchschnittlichen Partikeldurchmesser von

$\bar{d} \approx 300\mu m$ sollte eine Korrektur nicht mehr nötig sein. Abbildung 4.34 zeigt zwei verschiedene Verläufe von Permeabilitäten berechnet mit inneren Entmagnetisierungsfaktoren für zwei verschiedene Partikelgrößen. Der $N_i[x, p]$ -Verlauf wurde Matteis Theorie entnommen (siehe Gl. 2.28, Abb. 4.31) und um den $N_i[d]$ -Term aus Abbildung 4.33 erweitert. Eingesetzt wurde jeweils eine mittlere Partikelgröße von $\bar{d} = 300\mu m$ und $\bar{d} = 30\mu m$ und mit experimentellen Werten von unausgerichteten FeCoV-Wachs-Compositen verglichen. Die Permeabilität der Eisen-Kobalt-Vanadium Partikel wurde als $\mu_{max} = 142$ genähert. Dieser Wert wurde durch Extrapolation der über den Füllgrad x gemessenen Feldstärken und Polarisationen bei μ_{max} auf $x = 1$ ermittelt. Die theoretischen Permeabilitätswerte berechnet für $\bar{d} = 300\mu m$ stimmen gut mit den experimentellen FeCoV- μ_{max} -Werten überein (Abb. 4.34).

Abweichungen kommen dadurch zustande, dass der reale Entmagnetisierungsfaktor der FeCoV-Composite einen leicht anderen Verlauf zeigt als der theoretische, ideale Verlauf. Auch kann durch eine hohe Anzahl an Korngrenzen und Versetzung innerhalb der Partikel ein weiterer innerer Entmagnetisierungsfaktor innerhalb der Partikel vorhanden sein. Der Verlauf der Permeabilität für $\bar{d} = 30\mu m$ zeigt Abweichungen besonders bei höheren Füllgraden, was zu erwarten war.

Es muss erwähnt werden, dass die empirische Näherung über die Partikelgröße auf keiner physikalischen Grundlage basiert sondern nur eine Korrektur, oder Anpassung, der theoretischen Daten an die Messwerte darstellt. Bis jetzt existiert noch kein Modell, welches die Abhängigkeit der magnetischen Eigenschaften von der Partikelgröße, oder Korngröße, ausreichend beschreibt. Allgemeine Abhängigkeiten (zum Beispiel die $1/\bar{d}$ -Abhängigkeit, bzw. d^6 -Abhängigkeit, der Koerzitivfeldstärke vom Partikeldurchmesser) der magnetischen Eigenschaften wurden schon in der Literatur berichtet, zum Modellieren der Materialparameter sind diese jedoch nicht ausreichend.

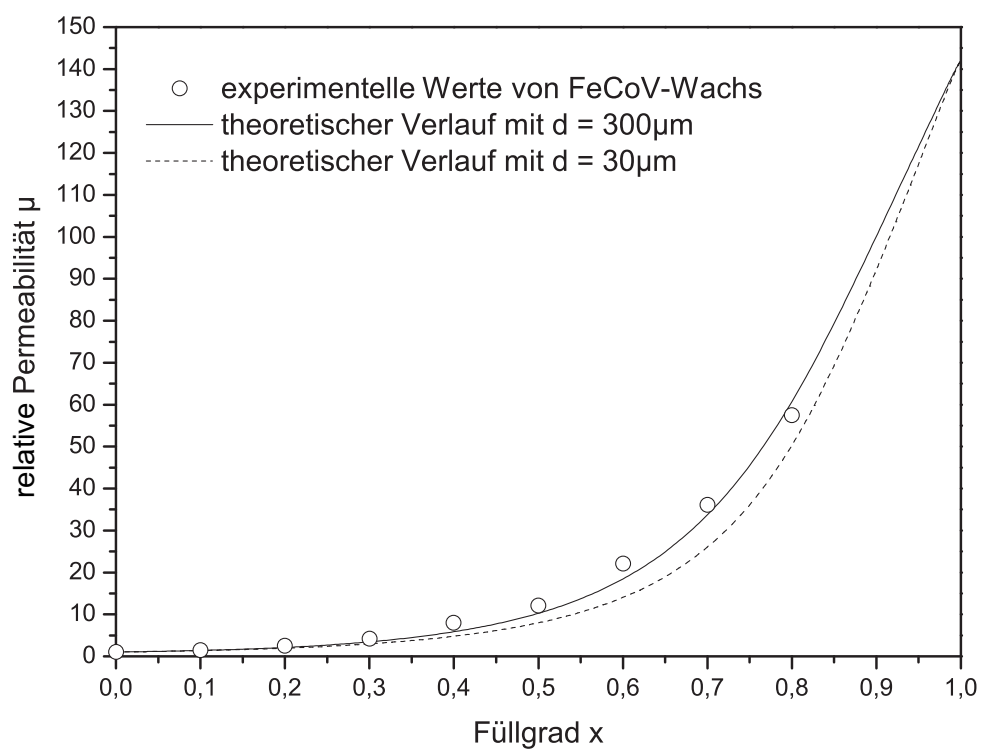


Abb. 4.34: Vergleich der berechneten Permeabilitäten mit $\bar{d} = 30 \mu\text{m}$ und $\bar{d} = 300 \mu\text{m}$ des Füllmaterials in Abhängigkeit vom Füllgrad x mit gemessenen Maximalpermeabilitäten von FeCoV-Wachs-Compositen mit $\bar{d} = 324 \mu\text{m}$

5 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden die magnetischen Eigenschaften von polymergebundenen weichmagnetischen Partikeln mit Partikelgrößen $53\mu m \leq \bar{d} \leq 324\mu m$ untersucht. Ziel war es festzustellen wie sich der Anteil weichmagnetischen Materials, die Partikelform, die Partikelgröße und eine Partikelausrichtung auf die weichmagnetischen Gesamteigenschaften des Verbundwerkstoffes auswirken.

Bei der Auswahl der Materialien wurde auf kommerziell erhältliche Produkte zurückgegriffen. Die Metallpartikel wurden entweder in einem Extruder, einem Fluidmischer oder einem Laborknetter von 10-vol.% bis 85-vol.% mit Polypropylen oder Wachs als organischem Binder gemischt. Anschließend wurden die so erhaltenen Composite durch das Compression-Molding-Verfahren oder im konventionellen Spritzgussprozess in ihre Endform gebracht. Die so erhaltenen Proben in Stab- beziehungsweise Balkenform wurden in einem digitalen Hysteresemesssystem mit Mess- und Auswertesoftware hinsichtlich ihrer magnetischen Eigenschaften charakterisiert und mit bereits vorhandenen mathematischen Modellen verglichen.

Die Ergebnisse können in verschiedene Kategorien aufgeteilt werden. Die Eigenschaften eines PBSMC hängen vom Füllgrad x der weichmagnetischen Partikel im Polymer ab, von den eingesetzten Materialien, der Partikelgröße und der Orientierung der Partikel ab. Die füllgradabhängige Verlustleistung nimmt mit Verringerung des Füllgrades zu, da sich effektiv weniger Volumen weichmagnetischen Materials im PBSMC befindet, welches die gleich hohe Polarisation erreichen muss wie ein höher gefülltes PBSMC. In Eisen-Polypropylen-Compositen konnte ab einer Ummagnetisierungsfrequenz $f = 50Hz$ für Füllgrade $x \leq 50\text{-vol.}\%$ eine Erhöhung der Gesamtverluste festgestellt werden. Anhand des Verlaufes des Anomalitätsfaktors η konnte festgestellt werden, dass dies auf einen Anstieg der anomalen Verluste ab $50Hz$ zurückzuführen ist. Die Ursache liegt in der Anzahl

der am Ummagnetisierungsprozess beteiligten Domänenwände n_{eff} . Ab einem füllgradabhängigen Überschussfeld H_{exc} findet für Füllgrade $x \leq 50\text{-vol.}\%$ in Fe-PP-PBSMCs keine Erhöhung der Anzahl von Domänenwänden im Composite mehr statt und die anomalen Verluste werden erhöht.

Weiterhin gezeigt wurde, dass die Polarisierung J linear mit Verringerung des Füllgrads x in einer $J \cdot x$ -Abhängigkeit absinkt und die magnetische Feldstärke H mit einer H/x -Abhängigkeit ansteigt.

Die Permeabilität in PBSMCs wurde experimentell ermittelt und mit bestehenden mathematischen Modellen verglichen. Ein einfaches Modell von Bruggeman zeigte die höchste Übereinstimmung mit den Permeabilitätsmesswerten, konnte die Permeabilitätsabhängigkeit vom Füllgrad aber nicht zufriedenstellend modellieren. Ursache für die schlechte Modellierbarkeit der Permeabilität in Metall-Polymer-Compositen sind entmagnetisierende Felder innerhalb des Verbundkörpers, die das angelegte Feld innerhalb des PBSMC erheblich verringern können. Diese Felder sind durch den Entmagnetisierungsfaktor N_i numerisch definiert und nehmen durch steigende Kooperativphänomene mit Erhöhung des Füllgrades vom Wert des Entmagnetisierungsfaktors eines Partikels N_p für $x \rightarrow 0$ bis auf einen Wert $N_i \approx 0$ für $x = 1$ ab.

Eine experimentelle Erfassung von PBSMCs, die ein Gemisch von zwei verschiedenen weichmagnetischen Partikeln mit variierenden Anteilen enthalten zeigte, dass der von den Materialanteilen abhängige Verlauf der Gesamtverluste, der Sättigungspolarisation und des inneren Entmagnetisierungsfaktors einer linearen Mischungsregel folgt. Die Koerzitivfeldstärke dagegen ist bis zu einem Grenzwert des Füllgrades an das magnetisch weichere Material gebunden und verändert sich mit Verringerung des Anteils dieses Materials bis zum Grenzwert nur gering. Wird der Anteil des magnetisch weichen Materials über den Grenzwert hinaus weiter verringert, steigt die effektive Koerzitivfeldstärke des PBSMC steil bis zur Koerzitivfeldstärke des magnetisch härteren Materials an.

Die Permeabilität eines solchen Materialgemisches bestimmt sich hauptsächlich aus der linearen Abhängigkeit der Polarisierung beim zugehörigen magnetischen Feld, stark beeinflusst durch eine lineare Veränderung der inneren entmagnetisierenden magnetischen Felder.

Eine Änderung der Partikelgröße hat ebenfalls Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften in einem PBSMC. Wie sich bei Messungen herausstellte, steigt sowohl die Verlustleistung (statische und klassische und auch anomale) als auch die Koerzitivfeldstärke mit Verringerung des durchschnittlichen Partikeldurchmessers \bar{d} an. Da die Anzahl der Partikel in einem PBSMC mit Verringerung des Partikeldurchmessers erhöht wird und der Probenkörper somit in mehr Bereiche unterteilt wird, ließ sich ebenfalls ein Anstieg des inneren Entmagnetisierungsfaktors nachweisen.

Dies resultiert in einer Verminderung der effektiven Permeabilität im PBSMC. Während die Startpermeabilität nur durch den inneren Entmagnetisierungsfaktor verringert wird, wird die Maximalpermeabilität zusätzlich durch die Materialeigenschaften, wie zum Beispiel eine erhöhte Fehlerdichte und ein schlechtes *Oberfläche zu Volumen* Verhältnis bei kleineren Partikeln weiter vermindert.

Eine Optimierung der magnetischen Eigenschaften konnte durch eine Ausrichtung entlang der magnetisch leichten Achse der Partikel im PBSMC erreicht werden. Ab einer Frequenz $f = 50\text{Hz}$ konnten Verminderungen der Gesamtverluste um 30% erreicht werden. Die Permeabilität der PBSMCs wurde durch eine Partikelausrichtung erhöht mit einem Maximum der relativen Permeabilitätserhöhung um das Doppelte der ursprünglichen Permeabilität bei einem Füllgrad $x = 0,3$. Über diesen Füllgrad hinaus behindern beginnende Kontakte zwischen den Partikeln eine starke Ausrichtung und der Effekt der Permeabilitätserhöhung wird wieder vermindert.

Mit Hilfe der experimentellen Daten aus Messungen der Polarisierung, der Koerzitivfeldstärke des inneren Entmagnetisierungsfaktors wurde ein Modell zur Bestimmung der effektiven Permeabilität eines PBSMC erstellt, welches eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Permeabilitäten zeigt.

Abschließend kann angegeben werden, dass es unumgänglich ist PBSMCs mit hohen Anteilen weichmagnetischer Partikel mit hoher Permeabilität herzustellen, um eine möglichst hohe effektive Permeabilität zu erzielen. Um die Permeabilität zu optimieren sollten die Partikel weiterhin über eine hohe Sättigungspolarisation, eine weite Partikelgrößenverteilung mit relativ großem durchschnittlichen Partikeldurchmesser, einer geeigneten Form und einer möglichen Ausrichtung entlang der magnetisch leichten Achse verfügen. Eine

Zusammenfassung

Modellierung der Permeabilität aus den Einzeleigenschaften der beteiligten Materialien ist mit herkömmlichen Modellen nur unzureichend möglich. Grund hierfür sind die die Permeabilität erhöhenden, als auch verringernden Wechselwirkungen zwischen den weichmagnetischen Partikeln innerhalb des Werkstoffes.

Literaturverzeichnis

- [1] BOZORTH, R.M.: *Ferromagnetism*. New York : IEEE Press, 1978
- [2] GOETZEL, C.G.: *Treatise on Powder Metallurgy, Vol. II, Applied and Physics Powder Metallurgy (und enthaltene Referenzen)*. New York : Interscience Publishers Inc., 1950
- [3] SAKAI, T. ; NAKAMURA, K. ; MORII, A.: Plastics Magnet Manufacturing Process: Mixing, Kneading, and Injection Molding. In: *International Polymer Processing VI* (1991), S. 26–34
- [4] DOMININGHAUS, H.: *Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften, 5. Auflage*. Berlin : Springer Verlag, 1998
- [5] SAECHTLING, H.: *Kunststoffaschenbuch, 27. Ausgabe*. München : Hanser Verlag, 1998
- [6] HASHIN, Z. ; SHTRIKMAN, A.: A variational approach to the theory of the effective magnetic permeability of multiphase material. In: *Journal of Applied Physics* 33 (1962), S. 3125–3131
- [7] HOW, H. ; VITTORIA, C.: Permeability tensor of cubic arrays of magnetic spherical particles. In: *Journal of Applied Physics* 70 (1991), Nr. 10, S. 5915–5917
- [8] LAGARKOV, A.N. ; SARYCHEV, A.K. ; SMYCHKOVICH, Y.R. ; VOINOGRADOV, A.P.: Effective Medium Theory for microwave dielectric constant and magnetic permeability of conducting stick composites. In: *Journal of Electromagnetic Waves and Applications* 6 (1992), Nr. 9, S. 1159–1176

- [9] LAM, J.: Effective dielectric constant and magnetic permeability of a simple cubic lattice populated by two species of conducting magnetic spheres. In: *Journal of Applied Physics* 66 (1989), Nr. 8, S. 3741–3749
- [10] NAMKUNG, M. ; BRYANT, R. G. ; WINCHESKI, B. ; BUCHMAN, A.: Correlation between magnetic and mechanical properties of molded iron particle cores. In: *Journal of Applied Physics* 81 (1997), Nr. 8, S. 4111–4114
- [11] NAMKUNG, M. ; BRYANT, R. G. ; WINCHESKI, B. ; BUCHMAN, A.: Effects of heat treatment on the magnetic properties of polymer-bound iron particle cores. In: *Journal of Applied Physics* 83 (1998), Nr. 11, S. 6474–6476
- [12] FISKE, T. J. ; GÖKTÜRK, H. S. ; YAZICI, R. ; KALYON, D. M.: Effects of Flow Induced Orientation of Ferromagnetic. In: *Polymer Engineering & Science* 37 (1997), Nr. 5, S. 826–837
- [13] LESLIE-PELECKY, D.L. ; ZHANG, X.Q. ; RIEKE, R.D.: Self-stabilized magnetic colloids: Ultrafine Co particles in polymers. In: *Journal of Applied Physics* 79 (1996), Nr. 8, S. 5312–5314
- [14] ARTEMENKO, S.E. ; SEMENOV, L.L. ; KONONENKO, S.G. ; ARTEMENKO, A.A.: A new method for manufacturing magnetic plastics based on barium ferrite and neodymium-iron-boron interalloy. In: *Russian Electrical Engineering* 67 (1996), Nr. 12, S. 78–80
- [15] MAXWELL, J.C.: *A Treatise on Electricity and Magnetism*. Clarendon Press, Oxford, 1873
- [16] WEIDENFELLER, B.: *Magnetische Eigenschaften von oberflächenbehandelten kornorientierten Fe3.2-Gew.%Si Elektroblechen*. Clausthal-Zellerfeld, Technische Universität Clausthal, Dissertation, 1994
- [17] WEIDENFELLER, B. ; RIEHEMANN, W.: Power loss of grain oriented Fe-Si sheets using nonsinusoidal waveforms. In: KOSE, V. (Hrsg.) ; SIEVERT, J. (Hrsg.): *Non-Linear Electromagnetic Systems*. Braunschweig : IOS Press, 1998, S. 193–198

- [18] BOLL, R.: *Weichmagnetische Werkstoffe*. Vaccumschmelze GmbH, 1977
- [19] GOLDING, E.W. ; WIDDIS, F.C.: *Electrical Measurements and Measuring Instruments*. London : Sir Isaac Pitman & Sons Ltd., 1963
- [20] PRY, R.H. ; BEAN, C.P.: Calculation of the Energy Loss in Magnetic Sheet Materials Using a Domain Model. In: *Journal of Applied Physics* 29 (1958), Nr. 3, S. 532–533
- [21] WILLIAMS, H.J. ; SHOCKLEY, W. ; KITTEL, C.: Studies of the Propagation Velocity of a Ferromagnetic Domain Boundary. In: *Physical Review* 80 (1950), December, Nr. 6, S. 1090–1094
- [22] NÉEL, L.: Propriétés d'un ferromagnétique cubique en grains fins. In: *Comptes rendus hebdomadaires des seances de l'academie des sciences* 224 (1947), S. 1550–1551
- [23] WOHLFARTH, E.P.: The effect of particle interaction on the coercive force of ferromagnetic micropowders. In: *Proceedings of the Royal Society* A232 (1955), S. 208–227
- [24] WOHLFARTH, E.P.: Permanent magnetic materials. In: RADO, G.T. (Hrsg.) ; SUHL, H. (Hrsg.): *Magnetism vol. 3*. Academic Press, New York, 1963, S. 351–393
- [25] KNELLER, E.: *Ferromagnetismus*. Berlin : Springer, 1962
- [26] ROCHOLL, P., Technische Hochschule Stuttgart, Diplomarbeit, 1951
- [27] WEIDENFELLER, B.: Polymer Bonded Soft Magnetic Particles. In: RAABE, D. (Hrsg.): *Soft Magnetic Materials 16* Bd. 2. Stahleisen, Düsseldorf, Germany : Springer VDI Verlag, 2004, S. 797–802
- [28] CULLITY, B.D.: *Introduction to magnetic materials*. Menlo Park (California), London, Amsterdam : Addison-Wesley Publ. Comp., 1972
- [29] MAGER, A.: Über den Einfluß der Korngröße auf die Koerzitivkraft. In: *Annalen der Physik* 11 (1952), Nr. 1, S. 15–16
- [30] KITTEL, C.: Domain Theory and the dependence of the coercive force of fine ferromagnetic powders on particle size. In: *Physical Review* 73 (1949), S. 810–811

- [31] KITTEL, C.: Physical theory of ferromagnetic domains. In: *Review on Modern Physics* 21 (1949), S. 541–583
- [32] HERZER, G.: Nanocrystalline Soft Magnetic Alloys. In: BUSCHOW, K.H.J. (Hrsg.): *Handbook of Magnetic Materials Vol. 10*. Elsevier, 1997, S. 417–462
- [33] GÖKTÜRK, H.S. ; FISKE, T.J. ; KALYON, D.M.: Electric and Magnetic properties of a thermoplastic Elastomer Incorporated with ferromagnetic powders. In: *IEEE Transactions on Magnetics* 29 (1993), Nr. 6, S. 4170–4176
- [34] REITZ, J.R. ; MILFORD, F.J. ; CHRISTY, R.W.: *Foundations of Electromagnetic Theory*. 4. ed. : Addison-Wesley, 1993
- [35] DOYLE, W.T.: The Clausius-Mossotti problem for cubic arrays of spheres. In: *Journal of Applied Physics* 49 (1978), Nr. 2, S. 795–797
- [36] OSBORN, J.A.: Demagnetizing factors of the general ellipsoid. In: *Physical Review* 67 (1945), S. 351–357
- [37] KAHAN, T.: Recherches sur le champ démagnétisant structural des ferromagnétiques. In: *Journal de Physique et le Radium* 5 (Ser. 7) (1934), S. 463–470
- [38] VOGLER, G.: Untersuchungen über den inneren Entmagnetisierungsfaktor. In: *Annalen der Physik* 19 (1956), Nr. 6, S. 229–232
- [39] MATTEI, J.-L. ; LE FLOC'H, M.: Percolative behaviour and demagnetizing effects in disordered heterostructures. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 257 (2003), S. 335–345
- [40] CHEVALIER, A. ; LE FLOC'H, M.: Dynamic permeability in a soft magnetic composite material. In: *Journal of Applied Physics* 90 (2001), S. 3462–3465
- [41] BOTTONI, G. ; CANDOLFO, D. ; CORRADI, M. C. A. ; MASOLI, F.: Influence of the packing density on the coercivity of iron particles for magnetic recording. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 120 (1993), S. 167–171

- [42] LANDAUER, R.: Electrical conductivity in inhomogeneous media. In: GARLAND, J.C. (Hrsg.) ; TANNER, D.B. (Hrsg.): *Electrical Transport and Optical Properties of Inhomogeneous Media*. AIP New-York, 1978, S. 2–45
- [43] MATTEI, J.-L. ; LE FLOC'H, M.: A Numerical Approach of the inner demagnetizing effects in soft magnetic composites. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 215-216 (2000), S. 589–591
- [44] MATTEI, J.-L. ; LE FLOC'H, M.: Effects of the magnetic dilution on the ferrimagnetic resonance of disordered heterostructures. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 264 (2003), S. 86–94
- [45] AGARI, Y. ; UNO, A.: Estimation on thermal Conductivities of filled Polymers. In: *Journal of Applied Polymer Science* 32 (1986), S. 5705–5712
- [46] BÖTTCHER, C.J.F.: *Theory of electric polarisation*. Elsevier Publishing Company, Amsterdam, The Netherlands, 1952
- [47] BRUGGEMAN, D.A.G.: Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen — I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen. In: *Annalen der Physik* 24 (1935), Nr. 5, S. 636–664
- [48] CHENG, S.C. ; VACHON, R.I.: The prediction of the thermal conductivity of two and three phase solid heterogeneous mixtures. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 12 (1969), Nr. 3, S. 249–264
- [49] DELOOR, G.P.: *Dielectric properties of heterogeneous mixtures*. NL - Leiden, University of Leiden, Diss., 1956
- [50] RAYLEIGH, J.W.: On the influence of obstacles arranged in rectangular order upon the properties of a medium. In: *Philosophical Magazine* 34 (1892), Nr. 5, S. 481–502
- [51] VAN BEEK, L.K.H.: Dielectric behaviour of heterogeneous systems. In: *Progress in Dielectrics* 7 (1967), S. 69–114
- [52] ROSE, H.E. ; ROBINSON, D.J.: The density of packing of two-component powder mixtures. In: *Powder Metallurgy* 8 (1965), Nr. 15, S. 20–37

- [53] YERAZUNIS, S. ; CORNELL, S.W. ; WINTER, B.: Dense random packing of binary mixtures of spheres. In: *Nature* 207 (1965), Nr. 4999, S. 835–837
- [54] GERMAN, R.M.: *Particle Packing Characteristics*. Princeton/USA : Metall Powder Industries Federation, 1989
- [55] FEDORS, R.F.: A relationship between maximum packing of particles and particle size. In: *Powder Technology* 22 (1979), S. 71–76
- [56] BROWN, G.G.: *Unit Operations*. New York : John Wiley & Sons, 1950
- [57] BASELL POLYOLEFINE GMBH (Hrsg.): *Produktdatenblatt Polypropylen Moplen EP540N*. Wesseling, Deutschland: Basell Polyolefine GmbH, 2001
- [58] SASOL WAX GMBH (Hrsg.): *Produktdatenblatt Sasolwax 7583 inaktiv*. Hamburg, Deutschland: Sasol Wax GmbH, 2001
- [59] WENGELER, A.: *Herstellung, Verarbeitung und Charakterisierung hochgefüllter Thermoplastcompounds - Fe_3O_4 in Polypropylenmatrix* -, Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, Technische Universität Clausthal, Diplomarbeit, 2002
- [60] HÖGANÄS SA (Hrsg.): *Produktanalyse ASC100.29*. Höganäs, Schweden: Höganäs SA, Nov. 2004
- [61] HÖGANÄS SA (Hrsg.): *Produktanalyse ASC300*. Höganäs, Schweden: Höganäs SA, Nov. 2004
- [62] HÖGANÄS SA (Hrsg.): *Produktanalyse FeSi6.8*. Höganäs, Schweden: Höganäs SA, Okt. 2004
- [63] SANYO SPECIAL STEEL CO., LTD. (Hrsg.): *Produktanalyse FeCoV*. Nakashima, Shikama-ku, Himeji-shi, Japan: Sanyo Special Steel Co., LTD., Dez. 2005
- [64] YOSHIKAWA, Y. ; OGUMA, S. ; YAMAUCHI, K.: New Fe based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure. In: *Journal of Applied Physics* 64 (1988), S. 6044–6046

- [65] WITTWER, C.: *Frequenzabhängiges Ummagnetisierungsverhalten von schmelzgesponnenen Bändern der Legierung $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Cu_1Nb_3$* . Clausthal-Zellerfeld, Technische Universität Clausthal, Dissertation, 1994
- [66] RAJAA, M. M. ; CHATTOPADHYAYA, K. ; MAJUMDAR, B. ; NARAYANASAMY, A.: Structure and soft magnetic properties of Finemet alloys. In: *Journal of Alloys and Compounds* 297 (2000), S. 199–205
- [67] RAMIN, D. ; RIEHEMANN, W.: Automatisiertes Messen der magnetischen Eigenschaften extrem weichmagnetischer Ferromagnetika. In: *tm - Technisches Messen* 3 (2001), Nr. 68, S. 116–125
- [68] POTT-LANGEMEYER, M. ; RIEHEMANN, W. ; HEYE, W.: Magnetic properties of meltspun Fe-Si-Al-ribbons. In: *Anales de Fisica B* 86 (1990), S. 232–234
- [69] VACUUMSCHMELZE (Hrsg.): *Produktdatenblatt Vacoflux*. Hanau, Deutschland: Vacuumschmelze, 2001
- [70] ANHALT, M. ; WEIDENFELLER, B.: Dynamic losses in FeSi filled polymer bonded soft magnetic composites. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 304 (2006), Nr. 2, S. e549–e551
- [71] BISHOP, J.E.L.: Steady-state Eddy-current dominated magnetic domain wall motion with severe bowing and necking. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 12 (1979), S. 102–107
- [72] HALLER, T.R. ; KRAMER, J.J.: A Model for Reverse-Domain Nucleation in Ferromagnetic Conductors. In: *Journal of Applied Physics* 41 (1970), S. 1036–1037
- [73] HALLER, T.R. ; KRAMER, J.J.: Observation of dynamic domain size variation in a silicon-iron alloy. In: *Journal of Applied Physics* 41 (1970), S. 1034–1035
- [74] MAHMOUD, S.A. ; SEMARY, M.A. ; MOHSEN, F.: Reduction of the magnetization curves for Ni 5% alloy. In: *Physica Status Solidi* 45 (1978), S. K5–K7

- [75] OTTAVI, H. ; CLERC, J. ; GIRAUD, G. ; ROUSSENQ, J. ; GUYON, E. ; MITESCU, C.D.: Electrical conductivity of a mixture of conducting and insulating spheres: an application of some percolation concepts. In: *Journal of Physics C* 11 (1978), S. 1311–1328
- [76] BERTOTTI, G.: Physical interpretation of eddy current losses in ferromagnetic materials. I. Theoretical considerations. In: *Journal of Applied Physics* 57 (1985), Nr. 6, S. 2110–2117
- [77] BERTOTTI, G.: Physical interpretation of eddy current losses in ferromagnetic materials. II. Analysis of experimental results. In: *Journal of Applied Physics* 57 (1985), Nr. 6, S. 2118–2126
- [78] DE WULF, M. ; ANESTIEV, L. ; DUPRÉ, L. ; FROYEN, L. ; MELKEBEEK, J.: Magnetic properties and loss separation in iron powder soft magnetic composite materials. In: *Journal of Applied Physics* 91 (2002), Nr. 10, S. 7845–7847
- [79] ANHALT, M. ; WEIDENFELLER, B.: Magnetic properties of polymer bonded soft magnetic particles for various filler fractions. In: *Journal of Applied Physics* 101 (2007), S. 023907
- [80] DEPREZ, N. ; MCLACHLAN, D.S. ; SIGALAS, I.: The measurement and comparative analysis of the electrical and thermal conductivities, permeability and young's modulus of sintered nickel. In: *Solid State Communications* 66 (1988), Nr. 8, S. 869–872
- [81] FISKE, T.J. ; GÖKTÜRK, H.S. ; KALYON, D.M.: Percolation in magnetic composites. In: *Journal of Materials Science* 32 (1997), S. 5551–5560
- [82] ANHALT, M. ; WEIDENFELLER, B. ; MATTEI, J.-L.: Inner demagnetization factor in polymer-bonded soft magnetic composites. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320 (2008), Nr. 20, S. e844–e848
- [83] FORRER, R. ; BAFFIE, R. ; FOURNIER, P.: Sur la variation thermique du cycle

- d'hystérèse de quelques ferromagnétiques III. In: *Journal de Physique et le Radium* 6 (Ser. 8) (1945), Nr. 3, S. 71–87
- [84] GERLACH, W. ; RENNENKAMPF, J. von ; BRILL, A.: Magnetische und elektrische Untersuchungen an gesinterten Karbonynickelstäben. In: *Zeitschrift für Metallkunde* 39 (1948), Nr. 5, S. 130–139
- [85] KRANZ, J.: Über den Entmagnetisierungsfaktor inhomogener Proben. In: KÖSTER, W. (Hrsg.): *Beiträge zur Theorie des Ferromagnetismus und der Magnetisierungskurve*. Berlin, Göttingen, Heidelberg : Springer Verlag, 1956, S. 181–187
- [86] DUSSLER, E.: Experimentelle Methode zur Bestimmung des ballistischen Entmagnetisierungsfaktors. In: *Z. Phys.* 44 (1927), Nr. 4-5, S. 286–291
- [87] SATO, M. ; ISHII, Y.: Simple and approximate expressions of demagnetizing factors of uniformly magnetized rectangular rod and cylinder. In: *Journal of Applied Physics* 66 (1989), Nr. 2, S. 983–985
- [88] ANHALT, M.: Systematic investigation of particle size dependence of magnetic properties in soft magnetic composites. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320 (2008), Nr. 14, S. e366–e369
- [89] KRAUSE, R.F. ; BULARZIK, J.H. ; KOKAL, H.R.: Alternating current magnetic properties of cores made from pressed acicular steel particles. In: *Journal of Applied Physics* 83 (1998), Nr. 11, S. 6477–6479
- [90] WEIDENFELLER, B. ; ANHALT, M. ; RIEHEMANN, W.: Variation of magnetic properties of composites filled with soft magnetic FeCoV particles by particle alignment in a magnetic field. In: *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320 (2008), Nr. 14, S. e362–e365

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schema der auftretenden Mikro-, Makro- und Meso-Wirbelstromverluste in einem PBSMC	7
2.2	(a) Verlustleistung von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -PP-PBSMCs für $x = 0,1$ mit variierendem Induktionssignal bei $J_0 = 0,3T$; (b) Verlustleistung von $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{15.5}\text{B}_7\text{Cu}_1\text{Nb}_3$ -PP-PBSMCs für $x = 0,1$ mit auf $k_{eff} = 1$ normiertem Induktionssignal bei $J_0 = 0,3T$	9
2.3	Schematische Darstellung der resultierenden Koerzitivfeldstärke H_c eines 2-Phasen Werkstoffes mit $J_{s;1} : J_{s;2}$ und $x_1 : x_2$ gleich $2 : 3$ und $H_{c;2} \gg H_{c;1}$	12
2.4	Resultierende Koerzitivfeldstärke H_c eines 2-Phasen Werkstoffes als Funktion von $H_{c;2}$	13
2.5	Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c vom Korndurchmesser d	14
2.6	Schematische Darstellung der Verzerrung des äußeren Magnetfeldes durch einen sphärischen Partikel [33]	16
2.7	Schema zur Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors N durch Ermittlung der Steigung einer Magnetisierungskurve	17
2.8	Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit $x < 0,2$. Die Pfeile in den Partikeln deuten die magnetisch leichte Richtung der Partikel an.	18
2.9	(a) Berechneter Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors gegen Füllgrad x für sphärische Partikel; (b) Verlauf des äußeren Entmagnetisierungsfaktors eines Probekörpers gegen Füllgrad x mit den Partikeldurchmessern $100\mu m$ und $3\mu m$	19

2.10	Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit $x > 0,2$. Die Pfeile innerhalb des PBSMCs deuten die inneren entmagnetisierenden Felder an	20
2.11	Veränderung des Entmagnetisierungsfaktors durch Agglomeratbildung [40]	21
2.12	(a) Schematische Darstellung des kfz-Gitters mit Oktaederlücke; (b) Schnitt durch ein kfz-Gitter mit maximal ausgefüllter Oktaederlücke .	24
2.13	(a) Schematische Darstellung der Porenbildung innerhalb und zwischen Partikelagglomeraten; (b) Änderung der Dichte eines Agglomerats mit steigender Partikelzahl . .	26
2.14	(a) Pore innerhalb eines FeCoV-Partikels; (b) Poren an der Partikeloberfläche eines Fe-Partikels (ASC100.29)	26
2.15	Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Packungsdichte einer unimodalen Partikelmischung von der „Rundheit“ der Partikel	27
2.16	Schematische Darstellung der Kristalllage in Elektroblechen mit Goss-Textur	28
3.1	(a) Lichtmikroskopische Aufnahme der ASC100.29-Partikel; (b) Lichtmikroskopische Aufnahme der ASC300-Partikel	32
3.2	(a) Lichtmikroskopische Aufnahme der FeSi6.8-Partikel; (b) Lichtmikroskopische Aufnahme der $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_9$ -Partikel mit einer TEM-Aufnahme aus [66] als Nebenbild	32
3.3	Lichtmikroskopische Aufnahme der FeCoV-Partikel	32
3.4	Partikelgrößenverteilungen der benutzten weichmagnetischen Materialien .	33
3.5	Schematische Darstellung des Extrusionsprozesses von PBSMC	34
3.6	Fluidmischer von Reimelt-Henschel-Mischsysteme	35
3.7	Prototyp des Presswerkzeuges zur Herstellung von Proben mit den Maßen $3\text{mm} \times 3\text{mm} \times 100\text{mm}$	36
3.8	(a) Werkzeug zur Herstellung der Proben in Zylinderform mit den Maßen $\varnothing 4\text{mm} \times \text{Länge } 120\text{mm}$; (b) Querschnitt der entworfenen Düse für das Werkzeug aus Abbildung 3.7(a)	37
3.9	Schema der entmagnetisierenden Felder in einem weichmagnetisch gefüllten Composite mit ideal ausgerichteten Partikeln	38

3.10	Schematische Darstellung des Hysteresemesssystems	39
3.11	Beispiel einer Permeabilitätsmessung an Sasolwax 7583 + 40-vol.% FeCoV (unorientiert)	42
3.12	Beispiel zur Bestimmung des Entmagnetisierungsfaktors an PP + 60-vol.% Fe ($\bar{d} = 88\mu m$)	43
4.1	(a) Gesamtverluste P in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit von der Fre- quenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$; (b) Gesamtverluste P in PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,15T$	46
4.2	(a) Anomalitätsfaktor η mit exponentiellem Faktor y in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$; (b) Anomalitätsfaktor η mit exponentiellem Faktor y in PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisation von $J_0 = 0,15T$	47
4.3	(a) Effektive Anzahl aktiver Domänenwände n_{eff} in PP-FeSi-PBSMCs in Abhängigkeit vom Überschussfeld H_{exc} ; (b) Effektive Anzahl aktiver Domänenwände n_{eff} in PP-Fe-PBSMCs mit Partikeldurchmesser $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit vom Überschussfeld H_{exc} .	50
4.4	Vergleich von gemessenen Ummagnetisierungsverluste mit Verlusten, be- rechnet aus der Koerzitivfeldstärke bei einer Frequenz $f = 1Hz$	51
4.5	(a) Koerzitivfeldstärke H_c von PP-Fe-PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhän- gigkeit vom Füllgrad x bei einer Polarisation von $J_0 = 0,07T$; (b) Feldstärke $H_{\mu_{max}}$ bei der Maximalpermeabilität μ_{max} in FeCoV-Wachs- Compositen in Abhängigkeit vom Füllgrad x	52
4.6	Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s vom Füllgrad x von PP-Fe _{73.5} - Si _{13.5} Cu ₁ Nb ₃ B ₉ -PBSMCs	54
4.7	(a) Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s vom Füllgrad x von FeCoV- Wachs-Compositen; (b) Vergleich der Neukurven von FeCoV-Wachs-Compositen bei Füllgrad $x = 0,4$	56

4.8	(a) Abhängigkeit der Remanenz J_r vom Füllgrad x in FeCoV–Wachs–Compositen bei ungescherten Hysteresekurven;	
	(b) Abhängigkeit der Polarisation $J_{\mu_{max}}$ vom Füllgrad x in FeCoV–Wachs–Compositen bei ungescherten Hysteresekurven	57
4.9	Abhängigkeit der Permeabilität μ von der magnetischen Feldstärke H für verschiedene Füllgrade x von PP–Fe–PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$	58
4.10	Vergleich der Permeabilität bei geringem Feld μ_{low} und Maximalpermeabilität μ_{max} in Abhängigkeit vom Füllgrad x von PP–Fe–PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$	59
4.11	Vergleich von verschiedenen mathematischen Modellen mit der gemessenen Permeabilität μ von PP–Fe–PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ für $x \leq 60\text{-vol.}\%$. . .	60
4.12	Vergleich von verschiedenen mathematischen Modellen mit der gemessenen Permeabilität μ von PP–Fe–PBSMCs mit $\bar{d} = 88\mu m$ in Abhängigkeit vom Füllgrad x mit (a) für gemessene Permeabilität bei einer Feldstärke bei 3% der maximalen Polarisation und (b) für Maximalpermeabilität	62
4.13	Vergleich der ermittelten inneren Entmagnetisierungsfaktoren N_i für verschiedene PBSMC in Abhängigkeit vom Füllgrad x	64
4.14	Abhängigkeit der Verlustleistung P von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs–Compositen bei $x = 0,5$, $J_0 = 0,2T$ und $f = 1Hz$	66
4.15	Abhängigkeit der Koerzitivfeldstärke H_c von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs–Compositen bei $x = 0,5$ und $f = 1Hz$	67
4.16	Abhängigkeit der Sättigungspolarisation J_s von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs–Compositen bei Füllgrad $x = 0,5$	69
4.17	Abhängigkeit des inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs–Compositen bei $x = 0,5$	70
4.18	Abhängigkeit der Permeabilität μ_{max} und μ_i von den jeweiligen Anteilen weichmagnetischer Materialien in Wachs–Compositen bei $x = 0,5$ und $f = 1Hz$	71

4.19 (a) Gesamtverluste P von Fe–Wachs–Compositen in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$;	
(b) Statische Verluste P_h von Fe–Wachs–Compositen in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$	74
4.20 (a) Anomalitätsfaktor η von Fe–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Partikelgröße \bar{d} bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$;	
(b) Anomalitätsfaktor η von Fe–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Frequenz f bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$	75
4.21 Effektive Anzahl beweglicher Domänenwände n_{eff} in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d} bei einer Polarisierung $J_0 = 0,15T$ und einem Überschussfeld $H_{exc} = 100A/m$	76
4.22 Koerzitivfeldstärke H_c von Fe–Wachs–Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der inversen Partikelgröße $1/\bar{d}$	77
4.23 Permeabilität μ von Fe–Wachs–Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit von der Partikelgröße \bar{d}	78
4.24 Abhängigkeit der Permeabilität μ von der magnetischen Feldstärke H für PP+85-vol.%Fe–PBSMCs mit Partikelgrößen von $\bar{d} = 88\mu m$ und $\bar{d} = 53\mu m$	79
4.25 Innerer Entmagnetisierungsfaktor N_i in Fe–Wachs–Compositen bei $x = 0,6$ in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser \bar{d}	80
4.26 Relative Änderung der Ummagnetisierungsverluste P in unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen in Abhängigkeit von Frequenz f	81
4.27 Absolute Ummagnetisierungsverluste in unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen bei einem Füllgrad $x = 0,2$ und $x = 0,7$ in Abhängigkeit von Frequenz f gemessen bei einer Polarisierung $J_0 = 0,05T$.	82
4.28 (a) Maximal- μ_{max} und Startpermeabilität μ_i von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV–Wachs–Compositen abhängig vom Füllgrad x ;	
(b) Relative Änderung der Permeabilität μ von unausgerichteten zu ausgerichteten FeCoV–Partikeln in Wachsmatrix abhängig vom Füllgrad x . . .	83

4.29 Vergleich des inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV-Partikeln in Wachsmatrix in Abhängigkeit vom Füllgrad x	84
4.30 Vergleich der Hysteresekurven von unausgerichteten und ausgerichteten FeCoV-Partikeln in Wachsmatrix bei einem Füllgrad $x = 0,3$ und einer Polarisation $J_0 = 0,172T$	85
4.31 Verlauf des inneren Entmagnetisierungsfaktors sphärischer Partikel aus Abbildung 4.13 gefittet mit Gl. 2.28	87
4.32 Vergleich der mit $\mu_p = 120$ und $\mu_p = 1200$ berechneten Compositepermeabilitäten in Abhängigkeit vom Füllgrad für $x \geq 0,5$	88
4.33 Veränderung des normierten, inneren Entmagnetisierungsfaktors N_i^n mit Änderung der Partikelgröße \bar{d}	89
4.34 Vergleich der berechneten Permeabilitäten mit $\bar{d} = 30\mu m$ und $\bar{d} = 300\mu m$ des Füllmaterials in Abhängigkeit vom Füllgrad x mit gemessenen Maximalpermeabilitäten von FeCoV-Wachs-Compositen mit $\bar{d} = 324\mu m$	91

Tabellenverzeichnis

2.1	Magnetische Richtungen ferromagnetischer Materialien	28
3.1	Relevante Eigenschaften von Polypropylen	29
3.2	Relevante Eigenschaften von Sasolwax 7583 inaktiv	30
3.3	Verwendete Additive und deren Anteil in der Polymermischung	30
3.4	Ausgewählte Eigenschaften der verwendeten weichmagnetischen Materialien	31
3.5	Angefertigte Spulenpaare und -kombinationen	41
4.1	Beispielrechnung zur Veränderung der Permeabilität durch den inneren Entmagnetisierungsfaktor $N_i = 0,0065$	73

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass ich die bei der Fakultät für Material- und Naturwissenschaften der Technischen Universität Clausthal eingereichte Dissertation selbständig und ohne unerlaubte Hilfe verfasst und die benutzten Hilfsmittel vollständig angegeben habe.

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass die eingereichte Dissertation weder in Teilen noch in Ihrer Gesamtheit einer anderen Hochschule zur Begutachtung vorliegt oder vorgelegen hat und dass ich bisher noch keinen Promotionsversuch unternommen habe.

Clausthal-Zellerfeld, den 07.01.2008

M. Anhalt

Lebenslauf

Name: Mathias Anhalt

Geburtsdatum, -ort: 29.11.1977, Heilbad Heiligenstadt

Familienstand: ledig

Schulbildung:

1984 bis 1990	Polytechnische Oberschule Otto-Grotewohl in Heilbad Heiligenstadt
1990 bis 1994	Realschule Lorenz-Kellner in Heilbad Heiligenstadt
1994 bis 1997	staatliches Gymnasium in Heilbad Heiligenstadt

Wehrdienst:

1997 bis 1998	Wehrdienst im Fernmelderegiment 320 in Frankenberg (Eder)
---------------	--

Studium:

1998 bis 2003	Studium der Werkstoffwissenschaften an der TU Clausthal in Clausthal-Zellerfeld
---------------	--

Berufstätigkeit:

ab Oktober 2004	Wissenschaftlicher Mitarbeiter im Institut für Metallurgie an der TU Clausthal in Clausthal-Zellerfeld
-----------------	---